

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta chemická

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

METODIKA STANOVENÍ CHEMICKÉHO SLOŽENÍ  
VODNÍCH SKEL

METHODOLOGY FOR DETERMINING THE CHEMICAL COMPOSITION OF WATER GLASSES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Michaela Flídrová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Lukáš Kalina, Ph.D.

BRNO 2019

## Zadání bakalářské práce

Číslo práce: FCH-BAK1323/2018  
Ústav: Ústav chemie materiálů  
Studentka: **Michaela Flídrová**  
Studijní program: Chemie a chemické technologie  
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů  
Vedoucí práce: **Ing. Lukáš Kalina, Ph.D.**  
Akademický rok: 2018/19

### Název bakalářské práce:

Metodika stanovení chemického složení vodních skel

### Zadání bakalářské práce:

navržení účinné metody pro stanovení chemického složení různých druhů vodních skel

### Termín odevzdání bakalářské práce: 24.5.2019

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí bakalářské práce.

---

Michaela Flídrová

student(ka)

---

Ing. Lukáš Kalina, Ph.D.

vedoucí práce

---

doc. Ing. František Šoukal, Ph.D.

vedoucí ústavu

---

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.

děkan

V Brně dne 31.1.2019

## **ABSTRAKT**

Bakalářská práce se zabývá metodikou stanovení chemického složení vodních skel. Snahou bylo nalézt vhodnější metodu, než je kolorimetrická analýza využívaná jedním z tuzemských výrobců vodních skel. Stávajícím postupem lze určit obsah  $\text{Me}_2\text{O}$  ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ), nicméně při stanovení  $\text{SiO}_2$  je metoda nepřesná, neboť barevná změna indikátoru při druhé titraci je velmi pozvolná, a proto je určení bodu ekvivalence nejednoznačné. Hlavním cílem této práce tedy bylo najít vhodnou metodu pro komplexní stanovení chemického složení vodních skel, která je porovnána s jinými metodami využívanými v analytické chemii silikátových materiálů. Velmi slibnou metodou se jeví konduktometrická titrace odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové, která poskytuje přesný, rychlý a instrumentálně nenáročný způsob chemického stanovení.

### **Klíčová slova**

vodní sklo, silikátový modul, analytické metody

## **ABSTRACT**

The bachelor thesis deals with the methodology of determination of the chemical composition of water glasses. The aim was to find a more suitable method than the colorimetric analysis used by one of the domestic water glass manufacturers. The current procedure can be used to determine the content of  $\text{Me}_2\text{O}$  ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ), however, in the determination of  $\text{SiO}_2$  the method is inaccurate since the color change of the indicator during the second titration is very slow and therefore the equivalence point is ambiguous. The main aim of this work was to find a suitable method for the complex determination of the chemical composition of water glasses, which is compared with other methods used in the analytical chemistry of silicate materials. A very promising method is the conductometric titration with a volumetric hydrochloric acid solution, which provides an accurate, fast and instrumentally inexpensive method of chemical determination.

### **Keywords**

water glass, silicate module, analytical methods

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

FLÍDROVÁ, Michaela. *Metodika stanovení chemického složení vodních skel*. Brno, 2019. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/115700>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů. Vedoucí práce Lukáš Kalina.

## **PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího práce a děkana FCH VUT.

.....

Podpis studenta

*Poděkování:*

*Ráda bych poděkovala vedoucímu mojí  
bakalářské práce Ing. Lukášovi Kalinovi, Ph.D.  
a Ing. Petrovi Hrubému za odborné vedení,  
konzultace a cenné rady při vypracovávání této  
práce.*

# OBSAH

<b>1</b>	<b>ÚVOD.....</b>	<b>10</b>
<b>2</b>	<b>CÍL PRÁCE.....</b>	<b>11</b>
<b>3</b>	<b>TEORETICKÁ ČÁST .....</b>	<b>12</b>
3.1	SLOŽENÍ VODNÍHO SKLA .....	12
3.2	VÝROBA VODNÍHO SKLA .....	12
3.2.1	<i>Hydrotermální proces výroby vodního skla .....</i>	<i>12</i>
3.2.2	<i>Tavící proces výroby vodního skla .....</i>	<i>13</i>
3.2.3	<i>Příprava sodného vodního skla.....</i>	<i>14</i>
3.2.4	<i>Příprava draselného vodního skla .....</i>	<i>14</i>
3.2.5	<i>Příprava lithného vodního skla .....</i>	<i>15</i>
3.3	VLASTNOSTI VODNÍHO SKLA .....	15
3.3.1.1	Tuhnutí a tvrdnutí vodního skla.....	16
3.3.1.2	Vytvrzování vodního skla .....	16
3.4	VYBRANÉ DRUHY VODNÍCH SKEL.....	16
3.4.1	<i>Vodní sklo sodné.....</i>	<i>16</i>
3.4.1.1	Fyzikální a chemické vlastnosti .....	16
3.4.1.2	Využití sodného vodního skla .....	17
3.4.2	<i>Vodní sklo draselné.....</i>	<i>17</i>
3.4.2.1	Fyzikální a chemické vlastnosti .....	17
3.4.2.2	Využití draselného vodního skla .....	17
3.4.3	<i>Vodní sklo lithné .....</i>	<i>17</i>
3.4.3.1	Fyzikální a chemické vlastnosti .....	17
3.4.3.2	Využití lithného vodního skla.....	18
3.5	VYUŽITÍ VODNÍHO SKLA .....	18
<b>4</b>	<b>METODY ANALÝZY VODNÍHO SKLA .....</b>	<b>19</b>
4.1	INSTRUMENTÁLNÍ INDIKACE .....	19
4.1.1	<i>Konduktometrická titrace.....</i>	<i>19</i>
4.1.2	<i>Potenciometrická titrace .....</i>	<i>19</i>
4.2	KOLORIMETRICKÉ STANOVENÍ.....	20
4.2.1	<i>Postup využíváný společností Vodní sklo a.s. ....</i>	<i>20</i>
4.2.2	<i>Metoda stanovení dle Vintera .....</i>	<i>20</i>
4.2.3	<i>Metoda stanovení dle Königa.....</i>	<i>20</i>
4.3	OPTICKÁ EMISNÍ SPEKTROMETRIE S INDUKČNĚ VÁZANÝM PLAZMATEM .....	21
4.4	VÁŽKOVÁ ANALÝZA NEBO LI GRAVIMETRIE .....	22
<b>5</b>	<b>EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>23</b>
5.1	POUŽITÉ CHEMIKÁLIE A PŘÍSTROJOVÉ VYBAVENÍ .....	23
5.1.1	<i>Použité chemikálie a roztoky.....</i>	<i>23</i>
5.1.2	<i>Přístrojové vybavení .....</i>	<i>24</i>
5.2	PRACOVNÍ POSTUPY VYUŽITÝCH METOD .....	25
5.2.1	<i>Kolorimetrická analýza dle společnosti Vodní sklo a.s. ....</i>	<i>25</i>
5.2.1.1	Standardizace HCl.....	25
5.2.1.2	Stanovení Na <sub>2</sub> O, Li <sub>2</sub> O či K <sub>2</sub> O ve vzorcích vodního skla .....	25
5.2.1.3	Stanovení SiO <sub>2</sub> ve vzorcích vodního skla.....	26
5.2.2	<i>Konduktometrické stanovení složení vodního skla .....</i>	<i>26</i>
5.2.2.1	Princip konduktometrického stanovení složení vodního skla .....	26
5.2.2.2	Pracovní postup konduktometrického stanovení.....	27



5.2.3	Gravimetrické stanovení $\text{SiO}_2$ .....	28
5.2.3.1	Princip gravimetrického stanovení $\text{SiO}_2$ .....	28
5.2.3.2	Gravimetrické stanovení $\text{SiO}_2$ ve vzorku vodního skla .....	28
5.2.4	Stanovení pomocí automatické titrace .....	29
5.2.4.1	Automatický titrátor .....	29
5.2.4.2	Standardizace HCl .....	29
5.2.4.3	Stanovení $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ či $\text{Li}_2\text{O}$ pomocí automatické titrace .....	29
5.2.5	Pracovní postup ICP-OES .....	30
5.2.5.1	Stanovení pomocí optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem .....	30
<b>6</b>	<b>VÝSLEDKY A DISKUZE .....</b>	<b>31</b>
6.1	KVANTITATIVNÍ ANALÝZY VYBRANÝCH VZORKŮ VODNÍHO SKLA .....	31
6.1.1	Kolorimetrická analýza dle společností Vodní sklo a.s. ....	31
6.1.2	Konduktometrické stanovení složení vodních skel .....	33
6.1.3	Gravimetrické stanovení $\text{SiO}_2$ ve vodním skle .....	36
6.1.4	Stanovení $\text{Me}_2\text{O}$ ve vodním skle automatickou titrací .....	36
6.1.5	Stanovení pomocí optické emisní spektroskopie s indukčně vázaným plazmatem .....	37
	<b>SHRNUTÍ .....</b>	<b>39</b>
<b>7</b>	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>41</b>
<b>8</b>	<b>CITACE .....</b>	<b>42</b>
<b>9</b>	<b>SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ .....</b>	<b>45</b>
<b>10</b>	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>46</b>
<b>11</b>	<b>SEZNAM TABULEK .....</b>	<b>47</b>

# 1 ÚVOD

Chemickým prvkem nejhojněji obsaženým v zemské kůře je křemík, jehož oxid se v čisté formě jako křemen (minerál), ale zejména v podobě svých sloučenin tzv. silikátů, podílí na složení povrchové vrstvy naší planety téměř z 60%. Již v pravěku si povšimli příznivých mechanických vlastností přírodních silikátových materiálů, převážně jeho pevnosti, tvrdosti a tepelné odolnosti, ale i estetického vzhledu a začali je využívat v surovém stavu. Až později se vlivem náhodných objevů vytvořili technologické postupy příprav nových syntetických silikátových hmot za použití tepelného zpracování.

Vodní sklo je důležitou, ne-li nezbytnou surovinou pro mnoho průmyslových odvětví, široké uplatnění nachází ve stavebnictví, slévárenství, papírenském průmyslu či průmyslu nátěrových hmot. Na jeho výrobu jsou kladeny velké nároky, ať už se jedná o kvalitu produktu, technologické postupy nebo o určité parametry, které musí vstupní surovina splňovat. Parametry jsou odlišné pro různé druhy vodních skel. S postupujícím vyčerpáváním nerostných surovin jsou výrobci v celém světě nuceni se spokojovat se stále chudšími a horšími surovinami a přizpůsobit jim technologické procesy. Součástí procesu je také kvantitativní analýza chemického složení vodních skel. Analýzu můžeme provádět pomocí různých metod, z nichž nejčastěji průmyslově využívanými jsou metody titrační. Při zpracování vodních skel za účelem získání nového produktu o požadovaných vlastnostech je užitečné, ne-li nezbytné znát složení použitého vodního skla. Tedy obsah  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Na}_2\text{O}$  resp.  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$  (obecně  $\text{Me}_2\text{O}$ ). Jeden z tuzemských výrobců vodních skel doporučuje pro analýzu vodního skla titraci vzorku vodního skla odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové na indikátor methylerčveň. Tímto postupem se stanoví obsah  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$  či  $\text{Na}_2\text{O}$ , ale při stanovení  $\text{SiO}_2$  je metoda nepřesná, neboť barevná změna indikátoru při druhé titraci (s přídavkem  $\text{NaF}$ ) je velmi pozvolná, a proto je určení bodu ekvivalence nejednoznačné.

Cílem této práce je najít vhodnou metodu pro komplexní stanovení chemického složení vodních skel, která je porovnána s jinými metodami využívanými v analytické chemii silikátových materiálů. Velmi slibnou metodou se jeví konduktometrická titrace odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové. Práce se zabývá nejen využitím metody založené na konduktometrické titraci odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové, ale i potenciometrickou titrací, referenční analýzou, kolorimetrickým stanovením nebo metodou spektrofotometrické kalibrace. [2],[8],[12],[22]

## **2 CÍL PRÁCE**

Cílem této bakalářské práce bylo nalézt vhodnou metodu pro stanovení složení vodního skla. Jedna z původních metod využívaná společností Vodní sklo a.s. byla samotnou společností považována za nevhodnou, a to z důvodu špatně identifikovatelného bodu ekvivalence (kvůli pozvolnému barevnému přechodu). Proto se práce zabývala porovnáním výsledků této metody s jinými ve snaze nalézt jinou vhodnější metodu.

### 3 TEORETICKÁ ČÁST

Teoretická část se zabývá vodním sklem, které můžeme zařadit do skupiny rozpustných silikátů a křemičitanů. Konkrétně se jedná o koloidní roztok alkalických křemičitanů, vznikající rozpuštěním příslušného alkalicko-křemičitého skla ve vodě. Rozpustné křemičitany jsou kombinací oxidu alkalického kovu  $Me_2O$  (sodného, draselného a lithného), oxidu křemičitého  $SiO_2$  a vody. Obecný vzorec rozpustných alkalických křemičitanů je  $Me_2O \cdot SiO_2 \cdot nH_2O$ , kde  $Me$  je alkalický kov,  $m$  a  $n$  vyjadřují počty molů oxidu křemičitého a vody vztahující se k jednomu molu,  $m$  je označován buď jako molární poměr nebo modul křemičitanu. Velikost částic běžně používaných vodních skel se pohybuje v rozmezí 1 – 500 nm.[1],[2].

#### 3.1 Složení vodního skla

Obecně řečeno, jedná se o kombinaci vody a oxidů alkalických kovů ( $Me_2O$ ) s oxidy křemíku ( $SiO_2$ ). Vstupními surovinami pro výrobu vodního skla jsou: zdroj obsahující oxidy křemíku v přirozené nebo uměle vytvořené formě (přírodní surovina je například křemičitý písek), alkalické uhličitany a hydroxidy (využívají se dle způsobu přípravy skla), voda a energie. Křemičitany jsou definované molárním poměrem, který je získán z hmotnostního poměru složek ( $SiO_2:Me_2O$ ) vynásobením koeficientem, označovaný jako silikátový neboli křemičitý modul ( $M_s$ ). Tímto modulem bývá nejčastěji charakterizované složení vodního skla, jenž může teoreticky nabývat jakýchkoliv kladných hodnot, nicméně v komerčně dodávaných vodních sklech se pohybuje v rozmezí 0,40 – 4,1, neboť mimo tento interval je stabilita vodních skel omezená. U běžně vyráběných typů leží v rozmezí 2,0 – 3,7, což odpovídá obsahu 66 až 76 hmot. %  $SiO_2$ . Křemičitý modul lze upravit jak směrem nahoru, tak i směrem dolů. Zvýšení tohoto modulu docílíme rozpuštěním amorfního oxidu křemičitého ve vodním skle. Naopak k jeho snížení můžeme použít hydroxid sodný nebo roztok vodního skla o nižším molárním poměru. Dále můžeme charakterizovat složení vodního skla podle hustoty, která nám poskytuje informace o jeho složení, koncentraci, viskozitě a pH. Roztoky vodních skel, jakožto roztoky solí silných zásad a slabých kyselin, jsou silně alkalické. Komerční roztoky mají sušinu 35 – 45 hm. % pro sodná skla, 30 – 40 hm. % pro draselná skla a 20 – 30 hm. % pro lithná skla. [3],[4],[19]

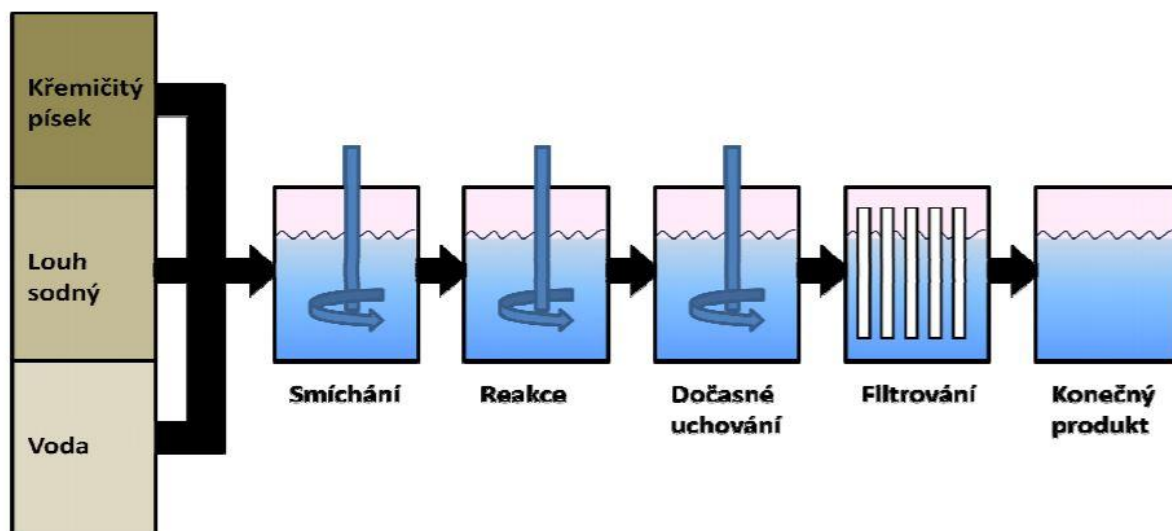
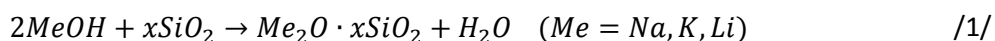
#### 3.2 Výroba vodního skla

Vodní sklo je možné vyrábět dvěma hlavními způsoby:

##### 3.2.1 Hydrotermální proces výroby vodního skla

V případě hydrotermálního procesu se nejprve v peci vyrábí alkalické sklo, které je následně rozpuštěno ve vodě na roztok. Tento proces výroby tekutého vodního skla zahrnuje přímé rozpuštění písku nebo jiných křemičitých složek a hydroxidu sodného popřípadě hydroxidu

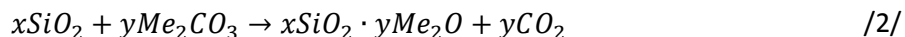
draselného. Reakce probíhají ve speciálně upraveném autoklávu, tak aby vydržel extrémně agresivní výrobní podmínky. [1] Reakce probíhající v tomto procesu je uvedena v rovnici /1/. [14]



Obr.č. 1: Postup hydrotermální výroby vodního skla. [15]

### 3.2.2 Tavicí proces výroby vodního skla

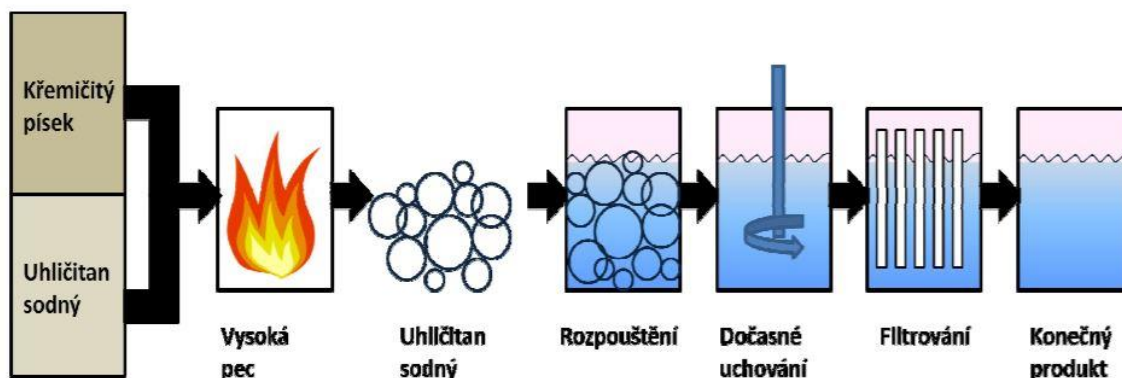
V případě výroby vodního skla v peci patří první stupeň této výroby do sklářské technologie. Alkalicko-křemičité sklo se vyrábí roztavením oxidu křemičitého neboli písku, jehož nevýhodou je velmi vysoká teplota tavení, která dosahuje 1 800 °C. Do reakční směsi se přidávají taviva, která snižují teplotu tavení  $SiO_2$ . Jako taviva se nejčastěji používají alkalické soli, a to hlavně uhličitán sodný a uhličitán draselný označovaný jako potaš. Při tavení probíhá reakce /2/.



Tyto reakce probíhají už při teplotě kolem 700 °C, ale pro její dostatečnou rychlost je nutné teplotu zvýšit na 1400 – 1600 °C. Produktem reakce je pevný křemičitan s molárním poměrem 0,5 – 4, z kterého vlivem teploty a tlaku vzniká ve vodě tekuté vodní sklo. Výsledné sklo má oproti křemičitému sklu horší mechanické vlastnosti. Odpadním produktem reakce je oxid uhličitý. [1],[5],[6],[14]

Výroba vodního skla se v průmyslu provádí v stacionárních či rotačních autoklávech, a to za zvýšené teploty a tlaku. Do autoklávu se dle kapacity nadávkuje potřebné množství výchozích surovin jako je voda a sodno-křemičité frity. Navážky těchto surovin odpovídají příslušnému typu vodního skla (dle měrné hmotnosti požadovaného koloidního roztoku vodního skla

a křemičitého modulu). Následně se autokláv natlakuje vodní parou přibližně na tlak 0,6 MPa. Proces rozvařování surovin (skla) se po několika hodinách ukončí a pomocí zbytkového tlaku se obsah autoklávu přetlačí do zásobníku na vodní sklo. Následně můžeme vodní sklo upravovat dekantací, filtrací, či odstředováním, což je závislé na požadovaných vlastnostech a využití konečného produktu. [7]



Obr.č. 2: Proces výroby vodního skla tavením. [15]

Přesto že už je dnes známo více druhů postupů, které se liší v jednotlivých krocích, u všech ve výsledku vzniká koloidní roztok kyseliny křemičité, který je potřeba neutralizovat kladnými ionty za vzniku vodního skla. Tento proces opět probíhá při zvýšené teplotě. [14]

### 3.2.3 Příprava sodného vodního skla

Tavením sklářského písku s uhlíčanem sodným neboli sodou nejprve získáme taveninu, kterou musíme ochladit, přičemž získáme sklovitou hmotu. Jinak označovanou jako sodno-křemičitá frit. Ta se dále zpracovává v autoklávech natlakovaných vodní parou na tlak 0,6 MPa. Následuje proces rozvařování surovin a úprava vodního skla, která již byla popsána v kapitole výroba vodního skla. Výsledný m produktem tohoto procesu je sodné vodní sklo o požadovaných vlastnostech. [2],[7]

Alternativní metodou výroby sodného vodního skla je metoda hydrotermální, při které dochází k reakci křemičitého písku s roztokem hydroxidu sodného. Tento proces je podrobněji popsán v kapitole výroba vodního skla, avšak dosud není tolik rozšířená. [2],[14]

### 3.2.4 Příprava draselného vodního skla

Tento typ vodního skla je možno připravit tavením sklářského písku s uhlíčanem draselným neboli potaší, při čemž nejdříve vzniká sklovitá hmota označovaná jako draselno-křemičitá frit, která se dále zpracovává stejným způsobem jako sodné vodní sklo. Rozdíl je akorát v autoklávu, který je natlakovaný vodní párou na pouze na tlak 0,4 MPa nebo je možné v tomto případě využít beztlakové vertikální autoklávy. Draselné vodní sklo je možné připravit přímou syntézou z křemičité suroviny pomocí hydroxidu draselného, ale v průmyslu se tento způsob nevyužívá. [2],[7],[23],[25]

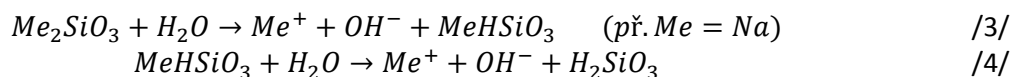
### 3.2.5 Příprava lithného vodního skla

U tohoto typu vodního skla neexistuje technologický postup výroby přes taveninu jako u sodného či draselného vodního skla. Reakcí amorfního oxidu křemičitého s hydroxidem lithným vyrobíme křemičitan lithný. Lithné vodní sklo se vyrábí ze sodného vodního skla, které se naředí destilovanou vodou na požadovanou koncentraci oxidu křemičitého (2,0 – 6,0 hm. %). Vzniklý roztok je následně dealkalizován pomocí iontoměniče. Připravený kyselý sol  $\text{SiO}_2$  (pH 2 – 5) je dále upravován přidáváním stabilizační přísady ve formě sodného vodního skla až na hodnoty pH v rozmezí 9 – 12. Po dosažení těchto hodnot je roztok zahuštěn a ponechán s roztokem hydroxidu lithného, se kterým reaguje za zvýšené teploty. Teplota však nesmí překročit 60 °C, protože nad touto teplotou by už docházelo ke vzniku gelu. [2]

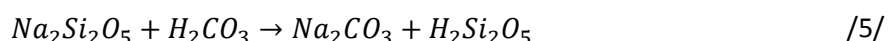
### 3.3 Vlastnosti vodního skla

K charakterizaci vodního skla se kromě modulu nejčastěji používá jeho hustota, dále pak viskozita a pH. Z reologického hlediska je vodní sklo nenewtonská kapalina a hodnota viskozity tedy závisí na způsobu měření, proto je lepší odhadovat uvedené vlastnosti z jeho hustoty než z viskozity. Viskozita se může měnit stárnutím vodního skla. [18],[20] Se zvyšujícím se křemičitým modulem a koncentrací viskozita vodního skla velmi strmě vzrůstá. Naopak při zvyšující se teplotě viskozita velmi prudce klesá a dochází ke snižování rozpustnosti některých metakřemičitanů. Rovněž platí, že draselná vodní skla mají viskozitu výrazně nižší než sodná, což se projevuje na jejich vysoké ceně. [21]

Hodnota pH je rovněž funkcí chemického složení a koncentrace vodního skla. Vodní skla jakožto roztoky solí silné zásady a slabé kyseliny jsou značně alkalická. Alkalita stoupá s koncentrací, avšak jen do určité meze, za kterou se již nemění. Hydroxidové anionty přecházejí do roztoku za vzniku kyseliny metakřemičité. Tato kyselina následně polykondenzuje do větších molekul, jejichž spojováním dochází ke vzniku gelu. Tento proces je popsán v rovnicích /3/ a /4/.



Se zvyšující se teplotou se zvyšuje stupeň hydrolyzy a alkalita roztoku stoupá. Kyselina křemičitá je v amorfním stavu vytěsněná silnější kyselinou. K vyvolání tohoto mechanismu stačí přítomnost kyseliny uhličitě, která vyloučí z roztoku nerozpustnou kyselinu křemičitou ve formě gelu. Mechanismus této reakce je popsán v rovnici /5/.



Často měřenými vlastnostmi kapalného vodního skla je hustota a pH, které lze jednoduše stanovit pomocí hustoměru, resp. pH metru. Hustota průmyslově vyráběného vodního skla o  $M_s=3,3$  je přibližně  $1,34 \text{ g.cm}^{-3}$ . [16],[17],[18]

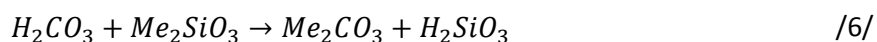
### 3.3.1.1 Tuhnutí a tvrdnutí vodního skla

Tvorba kontinuální sítě křemičitého hydrogelu způsobuje tuhnutí a tvrdnutí vodního skla. Tento proces je možné vyvolat více způsoby:

- Reakce s oxidem uhličitým - má využití u tzv. tvrzených směsí pro slévárenské formy, které jsou tvořeny pojivem (vodní sklo) a plnivem (křemenný písek, chrommagnezit a zircon).
- Směs s azbestem - se využívá pro přípravu tmelů pro vysoké teploty a k výrobě struskoalkalických betonů.
- Snížením obsahu vody - toho se využívá zejména při použití vodního skla jako lepidla na dřevo, papír, azbest.

### 3.3.1.2 Vytvrzování vodního skla

Tvorbou kyseliny křemičité dochází k vytvrzování vodního skla. V důsledku reakce kyseliny uhličitě ( $\text{CO}_2$ ) s alkalickým křemičitanem, která je znázorněná v rovnici /6/.



Kyselina křemičitá vzniká ve formě gelu  $\text{SiO}_2 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ . Při použití sodného vodního skla vzniká jako vedlejší produkt uhličitan sodný (soda) a v případě použití draselného vodního skla vzniká uhličitan draselný (potaš). [17],[18]

## 3.4 Vybrané druhy vodních skel

Nejčastěji se můžeme setkat s vodním sklem třech typů. Vyrábí se vodní sklo sodné, draselné a vodní sklo lithné. Navzájem se liší fyzikálními a chemickými vlastnostmi, využitím a postupem při výrobě. Pro náročné aplikace jako jsou průmyslové podlahy, speciální protipožární materiály, barvy apod. se používají méně známá vodní skla lithná, sodno - lithná a draselné - lithná.

### 3.4.1 Vodní sklo sodné

#### 3.4.1.1 Fyzikální a chemické vlastnosti

Jedná se o látku bez zápachu, naředěná či narůžovělé barvy. Konkrétně o slabě zakalenou nebo čirou viskózní kapalinu, která je neomezeně mísitelná s vodou. Počáteční bod varu je v rozmezí 101 – 102 °C. Bod tání je -3 °C a jeho relativní hustota je 1 120 – 1 680  $\text{kg.m}^{-3}$ . Hustota při teplotě 20 °C je 1 328 – 1 610  $\text{kg.m}^{-3}$ . Sodné vodní sklo je ve vodě neomezeně rozpustné, ale naopak nerozpustné v tucích. Hodnota pH této kapaliny bývá v rozmezí od 11,0 do 12,0. Je to nehořlavá kapalina, jejíž tlak páry při teplotě 20 °C je 2,2 kPa.

Sodné vodní sklo je možné balit do ocelových nebo plastových sudů. Převážet se dá v autocisternách nebo volně v železničních cisternách. Jeho přeprava a skladování je při teplotách nad 0 °C.



### **3.4.1.2 Využití sodného vodního skla**

Tento typ vodního skla má velkou řadu uplatnění, a to v různém odvětví průmyslu. Třeba na výrobu alkalických křemičitanů používaných do dezinfekčních, pracích a odmašťovacích prostředků. Dále ho můžeme využít slévarenskou surovinu, která se používá na výrobu forem nebo jako složku do protipožárních nátěrů a nehořlavých stavebních materiálů. Slouží i jako pojivo v různých lepidlech a tmelech, při výrobě svařovacích drátů nebo na povrchovou úpravu papíru. Setkat se s tímto sklem můžeme i v chemicky tvrzených směsí nebo ve stavebnictví, kde urychluje tuhnutí betonu. Rovněž se využívá jako aktivátor při výrobě geopolymerních materiálů. [2],[22],[23],[24]

## **3.4.2 Vodní sklo draselné**

### **3.4.2.1 Fyzikální a chemické vlastnosti**

Jedná se o látku bez zápachu, bezbarvé či lehce nažloutlé barvy. Konkrétně o slabě zakalenou nebo čirou viskózní kapalinu, která je neomezeně mísitelná s vodou. Má podobné v některých případech stejné vlastnosti jako vodné sklo sodné. Počáteční bod varu je v rozmezí 101-102 °C. Bod tání je -3 °C. Hustota při teplotě 20 °C je 1 180 – 1 610 kg.m<sup>-3</sup>. Draselné vodní sklo je ve vodě neomezeně rozpustné, ale naopak nerozpustné v tucích. Hodnota pH této kapaliny bývá v rozmezí od 11,0 do 12,0. Je to nehořlavá kapalina, jejíž tlak páry při teplotě 20 °C je 2,2 kPa.

Draselné vodní sklo se skladuje, převáží a uchovává při stejných podmínkách jak vodní sklo sodné.

### **3.4.2.2 Využití draselného vodního skla**

Draselná vodní skla mají viskozitu výrazně nižší než sodná, což se projevuje na jejich vysoké ceně. I přesto se tento typ vodního skla poměrně hodně využívá, a to ve velké škále průmyslových odvětví. Je vhodný na výrobu speciálních odmašťovacích a desinfekčních prostředků. Své uplatnění má i při výrobě svařovacích elektrod nebo jako náplň do alkalických akumulátorů. Ve stavebnictví se využívá jako pojivo do žáruvzdorných vyzdívek, pro výrobu suchých maltových směsí nebo pro výrobu fasádních nátěrových hmot na silikátové bázi.

## **3.4.3 Vodní sklo lithné**

### **3.4.3.1 Fyzikální a chemické vlastnosti**

Jedná se o čirou či lehce zakalenou nízkoviskózní kapalinu bez zápachu, která je mísitelná s vodou v libovolném poměru. Bod varu nastává při teplotě 100 °C a bod tání při -3 °C. Hustota při teplotě 20 °C je 1 150 – 1 200 kg.m<sup>-3</sup>. Hodnota pH této kapaliny bývá od 10,0 do 11,0. Je to nehořlavá kapalina, jejíž tlak páry při teplotě 20 °C je 2,2 kPa. Viskozita se pohybuje v rozmezí 1,5 - 20 mPa.s. Lithné vodní sklo se skladuje, převáží a uchovává při teplotě nad 10 °C v uzavřených nádobách. [24],[26]

### **3.4.3.2 Využití lithného vodního skla**

Lithné vodní sklo se dá použít samotné nebo ve spojení s dalšími přísadami (borax, bromid draselný) jako lepidlo, kterým lze slepit dřevo, papír, lepenku, tkaninu, sklo, porcelán, kovy, beton, cihlu a plastické hmoty. Výhodou tohoto lepidla je jeho odolnost vůči vodě. Uplatňuje se při výrobě nátěrových hmot sloužících k ochraně dřeva před hnilobou, ohněm, vodou či dřevokazným hmyzem. Nátěry mohou sloužit k impregnaci přírodních a syntetických materiálů, protože poskytuje účinný ochranný povlak s vynikající adhezí, tvrdostí a odolností proti vlhkosti. Lithné vodní sklo se používá jako pojivo při výrobě svařovacích elektrod, povlak pro beton a zdivo (ochrana proti vlhkosti a erozi) nebo jako dočasný povlak pro kovové a jiné povrchy, což slouží jako ochrana před poškozením během dopravy nebo při montáži. [26]

## **3.5 Využití vodního skla**

Tato surovina má poměrně široké spektrum použití. Dříve se využívala především v oblasti potravinářského průmyslu, ale dnes je jeho využití rozšířeno do různých odvětví průmyslu jako například do stavebnictví a papírnictví. Vodní sklo se uplatňuje například jako:

- Přísada do odmašťovacích a čistících (pracích) prostředků
- Pojivo pro výrobu slévárenských forem a jader
- Aktivátor při výrobě alkalicky aktivovaných materiálů
- Odstraňovač těžkých kovů v čistírnách odpadních vod
- Výroba nátěrových hmot a tmelů
- Lepidlo v papírenském průmyslu
- Nehořlavé a antikoroziční nátěry - chrání materiál před vnějšími vlivy.
- Injektáže - na injektáže se využívají dezalkalizovaná vodní skla (sodné vodní sklo ve formě koloidní disperze oxidu křemičitého ve vodě), které poskytují směsi s výbornými hydroizolačními vlastnostmi. Pomocí iontové výměny ve zředěném vodním skle připravíme disperzi (nejčastěji gely) o požadovaném pH v rozmezí 8,5 - 10. Při takových hodnotách je gel nejstabilnější a je možné ho aplikovat vstříkáváním do dané struktury, kde okamžitě ztvdne a vytvoří nepropustnou vrstvu. Zavádí se do půdy či zdi, aby zabránil pronikání vody.
- Impregnace - na povrch materiálu nanese tenkou vrstvu vodního skla, které odpuzuje vodu, oleje nebo jiné chemické látky. Materiál díky nanesené vrstvě získává antibakteriální vlastnosti a je odolný vůči vysokým teplotám.
- Konzervant - se využívá při zpracování tuků a ke konzervaci vajec.
- Přídavek do betonu - přidáním vodního skla do betonu urychlujeme hydrataci, což znamená, že rychleji dosáhneme počáteční pevnosti. Beton pak tuhne velmi rychle a dochází i ke zlepšení jeho vlastností jako voděvzdornosti a nasákavosti betonu čímž se snižuje riziko drobení a zvyšuje jeho životnost. Příkladem využití vodního skla coby přídavku do betonu lze uvést průmyslové stavby metra, tunelů, základů staveb. [14],[16],[17],[18]

## **4 Metody analýzy vodního skla**

Z široké škály stanovení složení vodního skla byly vybrány takové metody, které lze využít v praxi.

### **4.1 Instrumentální indikace**

Při instrumentálních indikacích sledujeme průběh titračních křivek měřením změn vhodných veličin, které se podle potřeby převádějí na změny elektrického signálu.

#### **4.1.1 Konduktometrická titrace**

Tato metoda je založená na měření vodivosti titrovaného roztoku v závislosti na množství přidaného titračního činidla v průběhu titrace. Konduktometrický způsob indikace bodu ekvivalence lze použít při titracích, při nichž se během titrace liší průběh vodivosti titrovaného roztoku před a za bodem ekvivalence, tj. v bodě ekvivalence se průběh skokem mění. Vodivost vyjadřuje schopnost elektrolytu vést elektrický proud. Je závislá na teplotě a geometrických vlastnostech vodiče (na ploše elektrod  $S$  a jejich vzdálenosti  $l$ ), proto byla zavedena měrná vodivost neboli konduktivita. Měrná vodivost roztoku elektrolytu závisí nejen na druhu iontu, ale také na množství jeho částic, tedy koncentraci. Konduktometrické titrace využívají výrazné změny vodivosti v bodě ekvivalence, protože vodivost roztoků je přímo úměrná koncentraci iontů, které jsou v roztoku přítomny. Ke stanovení se využívají co nejkoncentrovanější roztoky titračních činidel, aby se zabránilo deformaci lineární závislosti zředěním titrovaného roztoku. Konec titrace se určuje podle zlomu na titrační křivce. Konduktometrická indikace konce titrace se využívá při titracích, u kterých vznikají málo disociované nebo rozpustné produkty. Je to převážně při acidobazických titracích, kdy vzniká málo disociovaná voda. Do této skupiny patří například neutralizační, chelatometrické nebo srážecí titrace. [28]

#### **4.1.2 Potenciometrická titrace**

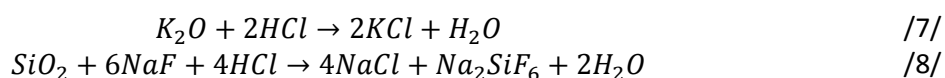
Potenciometrické stanovení je založené na měření potenciálu vhodné indikační elektrody. Konkrétně se sleduje závislost napětí vhodné sestaveného článku na objemu přidávaného titračního činidla a z titrační křivky se pak vyhodnotí bod ekvivalence. Protože podle Nernstovy rovnice potenciál obecně závisí na koncentracích iontů v roztoku, můžeme sledovat i další veličiny odvozené od koncentrací (př. pH) a indikovat tak průběh všech typů titrací. Při potenciometrické indikaci se do titrovaného roztoku ponoří referentní elektroda a vhodná indikační elektroda. Pomocí potenciometru se pak měří elektromotorické napětí článku v závislosti na přidaném množství titračního činidla. Používá se tam, kde selhává vizuální indikace. Hlavně při stanovení organických a anorganických látek v nevhodném prostředí. Potenciometrické titrace mohou být: neutralizační (skleněná elektroda), srážecí (stříbrná elektroda v argentometrii, ISE citlivá na jeden ze srážených iontů), komplexometrické (ISE citlivá na stanovovaný kation) nebo redoxní (platinová redoxní elektroda). [28]

## 4.2 Kolorimetrické stanovení

Metody patřící do konduktometrického stanovení jsou založené na indikaci bodu ekvivalence pomocí barevných změn indikátorů.

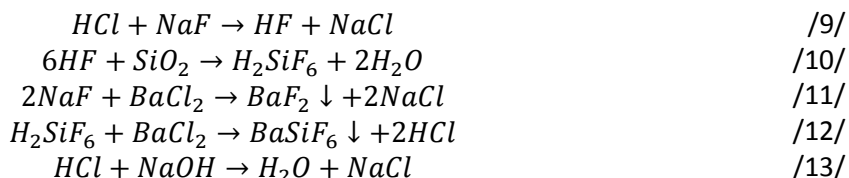
### 4.2.1 Postup využívaný společností Vodní sklo a.s.

Při této metodě se jako odměrný roztok využívá kyselina chlorovodíková, kterou je titrován vzorek vodního skla na indikátor methylerveň /7/. Tímto postupem se stanoví obsah oxidu draselného či oxidu sodného s poměrně dobrým výsledkem. Pro stanovení obsahu  $\text{SiO}_2$  je potřeba přidat roztok NaF a provést opětovnou titraci HCl /8/. I přesto reakce probíhá pozvolna a barevná změna v bodě ekvivalence je slabě viditelná, proto není toto stanovení příliš přesné.



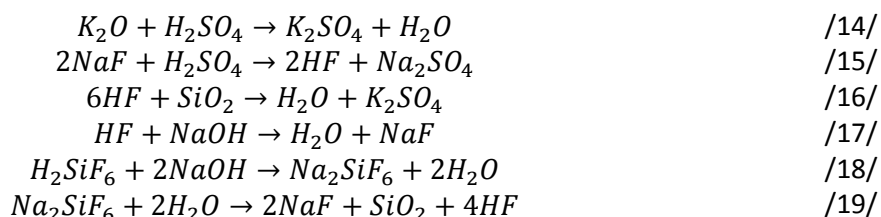
### 4.2.2 Metoda stanovení dle Vintera

Tato metoda je rozdělena do dvou částí, přičemž první je stejná jak u stanovení využívaného společností Vodní sklo a.s. /7/. Druhá část probíhá s přidavkem známého množství HCl a fluoridu v nadbytku /9/, /10/, poté se vysráží nadbytkem chloridu barnatého vzniklá kyselina fluorokřemičitá a nadbytek fluoridu /11/, /12/. Vzniklá sraženina se odfiltruje a dále se buďto přidá nadbytek hydroxidu a titruje se HCl nebo se titruje rovnou odměrným roztokem hydroxidu draselného /13/. Při metodě dle Vintera se jako indikátor používá bromthymolová modř.



### 4.2.3 Metoda stanovení dle Königa

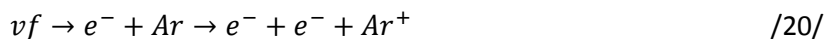
Tato metoda je založena na přidání známého množství kyseliny sírové a fluoridu sodného /14/, /15/, /16/ ke vzorku a následné titraci odměrným roztokem hydroxidu sodného /17/, /18/. Poté se roztok zahřeje a znovu se titruje vzniklá HF /19/ odměrným roztokem NaOH. Indikátorem je u obou titrací směs bromthymolové modři a fenolftaleinu v poměru 2:1.



### 4.3 Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem

Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem je instrumentální analytická metoda, kde se indukčně vázané plazma používá k atomizaci a ionizaci vzorku a následné excitaci těchto atomů a iontů. Ve spektrometru je pak detekováno a převedeno na elektrický signál charakteristické elektromagnetické záření odpovídajících vlnových délek příslušejících danému analytu. Vyhodnocování tohoto signálu slouží ke kvalitativní i kvantitativní analýze.

Indukčně vázané plazma je podle definice ionizovaná směs plynů obsahující stejnou, relativně vysokou koncentraci kationtů a elektronů. V argonovém plazmatu, které je nejčastěji používané v atomové spektrometrii, jsou tedy hlavními vodivými složkami argonové ionty a elektrony, přestože přispívají i ionty vzorku. Kromě toho obsahuje plazma také neutrální částice, excitované částice a fotony. Argonové ionty, které už jsou jednou v plazmatu formovány, jsou schopny absorbovat dostatečné množství energie z externího zdroje k udržení teploty nad hranicí, která je potřebná k ionizaci. Výboj indukčně vázaného plazmatu (ICP) vzniká za atmosférického tlaku v proudu plynu v soustavě koncentricky uspořádaných žáruvzdorných trubic – plazmové hlavici. Je iniciován ionizací vysokofrekvenčním jiskrovým výbojem z Teslova transformátoru nebo indukčně žhaveným uhlíkem. Vytvořené elektrony jsou urychlovány vysokofrekvenčním elektromagnetickým polem indukční cívky a způsobují lavinovitou ionizaci pracovního plynu podle následující rovnice [20]. Celkový průtok argonu plazmovou hlavici pak bývá v rozmezí  $11 - 17 \text{ l min}^{-1}$ , z čehož největší podíl na tomto objemu má tangenciálně zaváděný vnější plazmový plyn, který je nositelem výboje, nejmenší většinou střední plazmový, který izoluje plazma od prostřední trubice a stabilizuje výboj. Třetím a posledním přispěvatelem je nosný plyn, který má za úkol vytvoření centrálního analytického kanálu a vnášení vzorku (aerosol nebo plynný vzorek) do ICP výboje. [29],[30],[31],[32],[33]



V optické emisní spektrometrii s indukčně vázaným plazmatem je obvykle vzorek transportován do přístroje pomocí peristaltického čerpadla jako proud kapaliny, která je přeměněna na aerosol zmlžováním. Nejběžnějšími a zároveň nejpoužívanějšími zmlžovači jsou zmlžovače pneumatické. Tyto typy zmlžovačů využívají k tvorbě aerosolu rychle proudící plyn a jsou tedy závislé na průtoku nosného plynu, patří sem například zmlžovač koncentrický, mikrokcentrický, pravoúhlý, žlábkový nebo fritový. Dalším typem běžně užívaného zmlžovače, využívajícího mechanických sil (konkrétně akustické energie vznikající vibrací piezokeramické destičky) k tvorbě aerosolu, je zmlžovač ultrazvukový. Mezi zmlžovače, které využívají k tvorbě aerosolu mechanické síly, patří rovněž vysokotlaká tryska, hydraulický vysokotlaký zmlžovač nebo termosprej. Tyto zmlžovače nejsou, na rozdíl od pneumatických, závislé na průtoku nosného plynu. Po vygenerování je aerosol transportován přes mlžnou komoru do atomizátoru (v našem případě ICP). [33],[34]

#### **4.4 Vážková analýza neboli gravimetrie**

Gravimetrická metoda patří mezi kvantitativní analýzy, jejímž základem je vyloučení látky, kterou stanovujeme, a to ve formě málo rozpustné sloučeniny. Tato sloučenina musí být převedena do stavu s jiným oxidačním číslem nebo na jinou sloučeninu, která má přesně definované složení a je tedy vhodná pro vážení. V některých případech se již váží prvně izolovaná sraženina. [8],[17]

## 5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 5.1 Použité chemikálie a přístrojové vybavení

V následujících dvou podkapitolách jsou popsány chemikálie a roztoky, které byly v rámci práce používány, a také je zde popsáno použité přístrojové vybavení.

#### 5.1.1 Použité chemikálie a roztoky

##### *Kyselina chlorovodíková HCl*

Na přípravu 1M roztoku bylo potřeba odměřit přibližně 178 ml 35% kyseliny chlorovodíkové. Do 2000 ml odměrné baňky bylo nalito cca 1500 ml destilované vody, byla přidána HCl a následně byl obsah baňky doplněn destilovanou vodou po rysku.

##### *Fluorid sodný NaF*

Fluorid sodný byl používán jako 5% roztok. Bylo naváženo 50 g NaF a rozpuštěno v 950 g destilované vody.

##### *Uhličitan vápenatý $\text{Na}_2\text{CO}_3$*

Uhličitan vápenatý byl používán ve formě roztoku nebo jako pevná látka. V případě použití uhličitanu vápenatého jako roztoku bylo naváženo přibližně 0,5 g a doplněno destilovanou vodou po rysku 100 ml odměrné baňky.

##### *Tris(hydroxymethyl)aminomethan THMA*

Tris(hydroxymethyl)aminomethan byl použit ve formě roztoku. Na jehož přípravu bylo potřeba navážít zhruba 0,5 g a doplnit destilovanou vodou.

##### *Methyloranž $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$*

Methyloranž (MO) byl použit ve formě 0,1% roztok v ethanolu.

##### *Methylčerveně $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$*

Methylčerveně (MČ) byl použit ve formě 0,1% roztok v ethanolu.

##### *Hydroxid sodný, hydroxid draselný a hydroxid lithný*

Tyto látky byly v podobě mikroperlí naváženy na analytických vahách, a to v rozmezí 0,2 – 0,4 g. Hydroxid sodný a hydroxid draselný byli využity ve své bezvodné formě, zatímco hydroxid lithný byl ve formě hydrátu, a proto byla jeho navážka o něco vyšší.

### **5.1.2 Přístrojové vybavení**

Automatický titrátor (METTLER TOLEDO - Titrátor Easy Pro)

Varná deska (ETA)

ICP-OES (HORIBA Ultima 2 Scientific Ltd.)

Analytické váhy (METTLER TOLEDO ME104)

Technické váhy (METTLER TOLEDO MS3002S/01)

Konduktometr (METTLER TOLEDO konduktometr Inlab731 )

Elektromagnetické míchadlo (COLOR SQUID)

Pec (LAC Ht40 AL)

Sušárna (MEMMERT UF 55m)



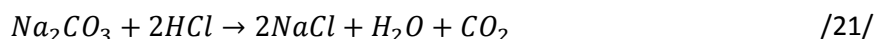
## 5.2 Pracovní postupy využitých metod

### 5.2.1 Kolorimetrická analýza dle společnosti Vodní sklo a.s.

Jedná se o metodu, která spadá do skupiny kolorimetrických stanovení popsanych již v teoretické části této práce. Pro analýzu byla zvolena metoda dle společnosti vodní sklo a.s., a to z důvodu předpokládané vhodné metody pro stanovení  $\text{Me}_2\text{O}$ , ale problematického stanovení  $\text{SiO}_2$  způsobeným nejednoznačným barevným přechodem při bodě ekvivalence.

#### 5.2.1.1 Standardizace HCl

Přibližně 1M roztok kyseliny chlorovodíkové byl standardizován na uhličitan sodný, kterého bylo po vysušení naváženo cca 0,5 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a rozpuštěno v 50 ml destilované vody. Následně bylo do roztoku přidáno 5 kapek indikátoru methylovanž, který způsobil žluté zbarvení. Vzniklý roztok byl titrován do bodu ekvivalence, který byl indikován vznikem růžového zbarvení. Po tom byl roztok přibližně 15 minut zahříván na vařiči, aby došlo k vyprcháání  $\text{CO}_2$ , při tomto ději zároveň došlo k přechodu zpět na žluté zbarvení. Poté byl roztok dotitrován opět do bodu ekvivalence tj. do růžové barvy. Celý postup byl 6x opakováný. Titrace byla znázorněna pomocí rovnice /21/. Hodnoty navážky uhličitanu sodného a spotřeby odměrného roztoku byly zaznamenány a byla spočítána koncentrace HCl dle vzorce (1):



$$c_{\text{HCl}} = \frac{2 \cdot m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \cdot V_{\text{HCl}}} \quad (1)$$

Kde:  $c_{\text{HCl}}$  – koncentrace odměrného roztoku HCl ( $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ),  $m$  – navážka  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (g),  $V$  – objem spotřebovaného odměrného roztoku HCl (ml),  $M$  – molární hmotnost uhličitanu sodného ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )



Obr.č. 3: Barevný přechod signalizující BE při standardizaci přibližně  $1\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$  HCl

#### 5.2.1.2 Stanovení $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{Li}_2\text{O}$ či $\text{K}_2\text{O}$ ve vzorcích vodního skla

Na analytických vahách bylo naváženo cca 1 g vzorku vodního skla, který byl převeden do plastové kádinky o objemu 400 ml. Ke vzorku bylo přidáno 50 ml převařené destilované voda a 5 kapek indikátoru methylčerven. Následně byl roztok titrován odměrným roztokem HCl do bodu ekvivalence, tedy do vzniku červenofialového zbarvení. Pomocí navážky vzorku

vodního skla a spotřeby odměrného roztoku bylo spočítáno procentuální zastoupení příslušného  $M_2O$  dle vzorce (2). Celý postup byl 6x opakován.

$$w_{M_2O} = \frac{M_{M_2O} \cdot c_{HCl} \cdot V_1}{20 \cdot m_{vz}} \quad (2)$$

Kde:  $w_{M_2O}$  – procentuální zastoupení  $K_2O$  ( $Na_2O$  či  $Li_2O$ ) ve vzorku vodního skla (hm. %),  $c_{HCl}$  – koncentrace  $HCl$  ( $mol \cdot l^{-1}$ ),  $V_1$  – pipetovaný objem  $HCl$  (ml),  $M_{M_2O}$  – molární hmotnost  $M_2O$  ( $g \cdot mol^{-1}$ ),  $m_{vz}$  – hmotnost vzorku vodního skla (g)

### 5.2.1.3 Stanovení $SiO_2$ ve vzorcích vodního skla

Do roztoku vzniklého při stanovení  $M_2O$  popsaného v předešlé podkapitole se přidá 100 ml 5% roztoku fluoridu sodného. Vzniklý roztok byl titrován odměrným roztokem  $HCl$  do bodu ekvivalence tj. do růžového zbarvení. Z hodnot spotřeby odměrného roztoku bylo vypočteno procentuální zastoupení oxidu křemičitého ve vybraném vzorku vodního skla dle rovnice (3). Celý postup byl 6x opakován.

$$w_{SiO_2} = \frac{c_{HCl} \cdot (V_2 - V_0) \cdot M_{SiO_2}}{40 \cdot m_{vz}} \quad (3)$$

Kde:  $w_{SiO_2}$  – procentuální zastoupení  $SiO_2$  ve vzorku vodního skla (hm. %),  $c_{HCl}$  – koncentrace odměrného roztoku  $HCl$  ( $mol \cdot l^{-1}$ ),  $V_2$  – spotřebovaný objem odměrného roztoku  $HCl$  (ml),  $V_0$  – spotřebovaný objem odměrného roztoku  $HCl$  při slepém pokusu (ml),  $M_{SiO_2}$  – molární hmotnost  $SiO_2$  ( $g \cdot mol^{-1}$ ),  $m_{vz}$  – hmotnost vzorku vodního skla (g)

## 5.2.2 Konduktometrické stanovení složení vodního skla

### 5.2.2.1 Princip konduktometrického stanovení složení vodního skla

Jedná se o alternativní metodu na stanovení složení vodního skla. Jedná se o přímou titraci roztoku vodního skla odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové. Při titraci vodního skla roztokem kyseliny probíhat chemické reakce uvedené v rovnicích /22/ a /23/.



Molární poměr  $M_2O:SiO_2$  je ve vodním skle většinou menší než 0,5 z čehož vyplývá, že se při přímé titraci uplatní pouze reakce číslo /23/. Na získané konduktometrické titrační křivce (závislost objemu  $HCl$  na konduktivitě) se objeví pouze jeden zlom (spotřeba A) odpovídající celkovému obsahu  $Me_2O$  ve vodním skle.

Pro stanovení obsahu oxidu křemičitého je nutno zvýšit poměr  $Me_2O:SiO_2$  ve vodním skle nad hodnotu 2, tj. tak, aby roztok obsahoval vedle křemičitanu rovněž volný hydroxid. Čehož lze docílit přidávkou bezuhlíčanového nasyceného roztoku hydroxidu sodného k roztoku vodního skla, před zahájením titrace. Takovou titrací získáme titrační křivku se dvěma zlomy,

z nichž první odpovídá vytitrování sumy  $\text{OH}^-$  a  $\text{SiO}_3^{2-}$  iontů a druhý odpovídá bodu ekvivalence reakce /23/, tedy vytitrování veškerých hydrogenkřemičitých iontů. Následně se vypočítá obsah  $\text{SiO}_2$  ve vodním skle z rozdílu spotřeb.

Množství hydroxidu sodného je potřeba způsobit konkrétní titraci, tak aby hledané body ekvivalence rozdělovaly titrační křivku na tři přibližně stejně dlouhé úseky. [27]

### 5.2.2.2 Pracovní postup konduktometrického stanovení

Na analytických vahách byl navážen přibližně 1 – 2 g vzorku vodního skla, který byl do plastové kádinky o objemu 400 ml převeden pomocí horké převařené destilované vody a doplněn studenou převařenou vodou na objem cca 200 ml. Vzniklý roztok byl umístěn na elektromagnetickou míchačku a mírně míchán. Titrován byl konduktometricky cca 1M kyselinou chlorovodíkovou. Hodnoty konduktivity byly zaznamenávány při každém přidavku odměrného roztoku HCl, který činil 0,5 ml. Z hodnot bylo vypočteno procentuální zastoupení  $\text{M}_2\text{O}$  dle vzorce (4). Stanovení  $\text{SiO}_2$  probíhá stejným postupem jen se do roztoku před titrací ještě přidávají mikroperly hydroxidu dle použitého vodního skla (LiOH, NaOH a KOH), a to přibližně 0,25 – 0,3 g v případě LiOH může být navážka až kolem 0,4 g. Následně bylo ze získaných hodnot vypočteno procentuální zastoupení  $\text{SiO}_2$  dle vzorce (5):

$$w_{\text{M}_2\text{O}} = \frac{M_{\text{M}_2\text{O}}}{2 \cdot 1000} \cdot c_{\text{HCl}} \cdot A \cdot \frac{100}{m_{\text{vz}}} \quad (4)$$

Kde:  $w_{\text{M}_2\text{O}}$  – procentuální zastoupení  $\text{M}_2\text{O}$  ve vzorku vodního skla (hm. %),  $c_{\text{HCl}}$  – koncentrace odměrného roztoku HCl ( $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ),  $A$  – spotřeba odměrného roztoku HCl (ml) odpovídající celkovému množství  $\text{M}_2\text{O}$  ve vzorku vodního skla,  $M_{\text{M}_2\text{O}}$  – molární hmotnost  $\text{M}_2\text{O}$  ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ),  $m_{\text{vz}}$  – hmotnost vzorku vodního skla (g)

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{M_{\text{SiO}_2}}{1 \cdot 1000} \cdot c_{\text{HCl}} \cdot (B_2 - B_1) \cdot \frac{100}{m_{\text{vz}}} \quad (5)$$

Kde:  $w_{\text{SiO}_2}$  – procentuální zastoupení  $\text{SiO}_2$  ve vzorku vodního skla (hm. %),  $c_{\text{HCl}}$  – koncentrace odměrného roztoku HCl ( $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ),  $B_1$  – spotřebovaný objem odměrného roztoku HCl (ml) odpovídající vytitrované sumy  $\text{OH}^-$  a  $\text{SiO}_3^{2-}$  iontů,  $B_2$  – spotřebovaný objem odměrného roztoku HCl (ml) odpovídající vytitrované sumy  $\text{HSiO}_3^-$ , tedy bodu ekvivalence,  $M_{\text{SiO}_2}$  – molární hmotnost  $\text{SiO}_2$  ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ),  $m_{\text{vz}}$  – hmotnost vzorku vodního skla (g)



Obr.č. 4: Konduktometrické stanovení složení vodního skla

### 5.2.3 Gravimetrické stanovení $\text{SiO}_2$

#### 5.2.3.1 Princip gravimetrického stanovení $\text{SiO}_2$

Působením koncentrované kyseliny chlorovodíkové se rozloží vzorek vodního skla a dojde k vysrážení kyseliny křemičité. Vysrážená kyselina křemičitá se po odfiltrování promyje a vyžihá. Obsah oxidu křemičitého ve vzorku se stanoví gravimetricky neboli vážením.

#### 5.2.3.2 Gravimetrické stanovení $\text{SiO}_2$ ve vzorku vodního skla

Nejprve byly keramické kelímky vyžihané v laboratorní peci při teplotě  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Po 60 minutách žihání byly kelímky umístěny pomocí přehřátých kleští do exsikátoru, kde se nechaly zchladnout na laboratorní teplotu. Na analytických vahách byly kelímky zvážené s přesností na  $0,1\text{ mg}$  a označeny tužkou na neglazované části.

Pro stanovení byl odvážen přibližně  $1\text{ g}$  vzorku vodního skla, který byl převeden do porcelánové misky s  $20\text{ ml}$  destilované vody. Roztok v porcelánové misce byl přikryt hodinovým sklíčkem a pozvolna se k němu přidávalo  $10\text{ ml}$  koncentrované  $\text{HCl}$ . Poté byla miska umístěna na varnou desku, kde se rozklad vzorku za vyšší teploty dokončil. Následně se opláchlo hodinové sklíčko destilovanou vodou a k roztoku bylo přidáno několik kapek konc.  $\text{HNO}_3$ . Na varné desce byla miska ponechána, dokud se roztok neodpařil do sucha, poté se miska vložila na 10 minut do sušárny přehřáté na  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aby se vysrážená kyselina křemičitá dokonale dehydratovala. Po vytažení ze sušárny byla miska opět umístěna na varnou desku a ovlhčena  $5\text{ ml}$  konc.  $\text{HCl}$ . Do roztoku se po 3 minutách přililo  $100\text{ ml}$  horké vody. Vyloučená kys. křemičitá byla s nerozložitelným podílem zfiltrovaná přes bezpopelný filtrační papír s vysokou hustotou pórů. Filtr byl 3x promyt  $5\text{ ml}$  horkého roztoku  $1\%$   $\text{HCl}$ . Do vyžihaného kelímku byl vložen papírový filtr s vyloučenou kyselinou křemičitou a byl umístěn do trianglu vysoko nad plamen kahanu. Žihání probíhalo, dokud se obsah kelímku nevysušil a filtrační papír nezpopešnil. Poté byl kelímek umístěn do laboratorní pece, kde při

1100 °C došlo k dožhání na konstantní hmotnost a po vychlazení v exsikátoru byl kelímek s oxidem křemičitým zvážen s přesností na 0,1 mg. Celý postup byl 3x zopakován. Ze zaznamenaných hodnot bylo vypočteno procentuální zastoupení SiO<sub>2</sub> ve vzorku vodního skla dle vzorce (6):

$$w_{SiO_2} = 100 \cdot \frac{(m_2 - m_1)}{m_{vz}} \quad (6)$$

Kde:  $w_{SiO_2}$  – procentuální zastoupení SiO<sub>2</sub> ve vzorku vodního skla (hm. %),  $m_{vz}$  – hmotnost vzorku vodního skla (g),  $m_1$  – hmotnost prázdného vyžíhaného porcelánového kelímku (g),  $m_2$  – hmotnost vyžíhaného vzorku a kelímku (g)

## 5.2.4 Stanovení pomocí automatické titrace

### 5.2.4.1 Automatický titrátor

Automatický titrátor pracuje na základě nastavených sekvencí úkonů. Jednotlivé sekvence se několikrát během stanovení opakují, a to dokud se nedosáhne koncového bodu nebo ekvivalence titrační reakce, což je označováno jako titrační cyklus. Jedná se o přístroj, který umožňuje automatizaci všech postupů zapojených do titrace tj. přidávání titrantu, monitorování reakce (získání signálu), rozpoznání koncového bodu, ukládání dat, výpočtu a uložení výsledků. [28],[35]

### 5.2.4.2 Standardizace HCl

Připravený přibližně 1M roztok kyseliny chlorovodíkové byl standardizován pomocí automatického titrátoru na roztok tris(hydroxymethyl)aminomethanu. Tento roztok byl připraven navážením přibližně 0,5 g THMA, který byl rozpuštěn v přibližně 50 ml destilované vody. Celý postup byl 4x zopakován. Výsledná koncentrace HCl byla stanovena jako průměr 4 hodnot získaných pomocí automatického titrátoru.

### 5.2.4.3 Stanovení K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O či Li<sub>2</sub>O pomocí automatické titrace

Na analytických vahách bylo naváženo přibližně 0,5 g vzorku vodního skla v případě NaVS a KVS u LiVS byla navážka až 1,5 g z důvodu nižšího obsahu Li<sub>2</sub>O ve vzorku. Navážka byla naředěna v plastovém kelímku na 60 ml destilovanou vodou. Roztok byl následně titrován pomocí automatického titrátoru do bodu ekvivalence. Pomocí automatického titrátoru byla zjištěna spotřeba odměrného roztoku HCl na danou navážku vzorku vodního skla, ze které bylo vypočteno dle vzorce (7) procentuální zastoupení M<sub>2</sub>O ve vzorku vodního skla.

$$w_{M_2O} = \frac{M_{M_2O}}{2 \cdot 1000} \cdot c_{HCl} \cdot A \cdot \frac{100}{m_{vz}} \quad (7)$$

Kde:  $w_{M_2O}$  – procentuální zastoupení M<sub>2</sub>O ve vzorku vodního skla (hm. %),  $c_{HCl}$  – koncentrace odměrného roztoku HCl (mol·l<sup>-1</sup>), A – spotřeba odměrného roztoku HCl (ml) odpovídající celkovému množství M<sub>2</sub>O ve vzorku vodního skla,  $M_{M_2O}$  – molární hmotnost M<sub>2</sub>O (g·mol<sup>-1</sup>),  $m_{vz}$  – hmotnost vzorku vodního skla (g)

## 5.2.5 Pracovní postup ICP-OES

### 5.2.5.1 Stanovení pomocí optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem

Do 100 ml plastové odměrné baňky bylo pomocí automatické pipety nadávkováno přesně 0,1 ml vzorku vodního skla. Vzorek byl v odměrné baňce doplněn po rysku destilovanou vodou. Připravený roztok byl 1000× zředěný. Stejným způsobem se připravily vždy dva roztoky k jednomu druhu vodního skla. Vzorek byl podroben stanovení, ze kterého byly získány hodnoty elementárních kovů: Me (dle druhu vodního skla: Na, K či Li) a Si v  $\text{mg.l}^{-1}$ . Tyto hodnoty byly přepočteny na molární koncentrace oxidů, ze kterých byl stanoven silikátový modul.

## 6 VÝSLEDKY A DISKUZE

### 6.1 Kvantitativní analýzy vybraných vzorků vodního skla

Na vzorkách dodaných od společnosti Vodní sklo a.s. (KVS, NaVS) a od společnosti Schem a.s. (LiVS) byly vyzkoušeny různé metody kvantitativní analýzy vodního skla. S účelem zjistit, která z metod je nejvhodnější pro použití v praxi. Silikátový modul a hodnoty procentuálního složení dodaných typů vodních skel jsou uvedené v *Tab. 1*. Tyto údaje však byly zjištěné acidimetrickou titrací, u které je špatně identifikovatelný přesný BE, a proto byly údaje uvedeny jen orientačně.

*Tab. 1: Složení vodních skel dle příslušného dodavatele*

Druh vodního skla	$w_{Me_2O}$ (%)	$w_{SiO_2}$ (%)	silikátový modul
NaVS	16,65	31,66	1,96
KVS	25,5	28,38	1,75
LiVS	-		2,64

#### 6.1.1 Kolorimetrická analýza dle společností Vodní sklo a.s.

Touto metodou bylo analyzováno šest zkušebních vodních vzorků od každého typu vodního skla paralelně vedle sebe. Výsledné procentuální zastoupení  $Me_2O$  a  $SiO_2$  jsou společně se silikátovým modulem uvedené v následujících tabulkách. Složení NaVS je uvedeno v *Tab. 2* KVS v *Tab. 3* a LiVS v *Tab. 4*.

*Tab. 2: Výsledky aplikace metody stanovení dle společnosti Vodní sklo a.s. na vzorek sodného vodního skla*

Vzorek NaVS	zkušební vzorek						
Mr <sub>Na2O</sub>	61,9789			Mr <sub>SiO2</sub>	60,08		
c <sub>HCl</sub> (mol·l <sup>-1</sup> )	1,0432						
č.vzorku	1	2	3	4	5	6	průměr
navážka (g)	1,3125	1,0655	1,0254	0,9998	0,9991	0,9968	
V <sub>1</sub> (ml)	6,8	5,5	5,3	5,2	5,1	5	
V <sub>2</sub> (ml)	28,8	23,6	22,5	21,6	21,6	21,5	
V <sub>0</sub> (ml)	1,2						
w <sub>Na2O</sub> (%)	16,73	16,67	16,69	16,79	16,48	16,19	16,59
w <sub>SiO2</sub> (%)	32,91	32,89	32,5	31,93	31,95	31,87	32,34
silikátový modul	2,03	2,04	2,00	1,96	2,00	2,03	2,01

Tab. 3: Výsledky aplikace metody stanovení dle společnosti Vodní sklo a.s. na vzorek draselného vodního skla

Vzorek KVS	zkušební vzorek						
Mr <sub>K2O</sub>	94,2			Mr <sub>SiO2</sub>	60,08		
c <sub>HCl</sub> (mol·l <sup>-1</sup> )	1,0432						
č.vzorku	1	2	3	4	5	6	průměr
navážka (g)	1,3452	1,3762	1,1349	1,1589	1,0617	1,4562	
V <sub>1</sub> (ml)	6,9	7,1	5,9	6	5,45	7,45	
V <sub>2</sub> (ml)	25,65	26,6	21,45	22,05	20,85	28	
V <sub>0</sub> (ml	1,2						
w <sub>K2O</sub> (%)	25,17	25,32	25,51	25,40	25,19	25,10	25,28
w <sub>SiO2</sub> (%)	28,44	28,88	27,92	28,15	28,96	28,80	28,53
silikátový modul	1,77	1,79	1,72	1,73	1,80	1,79	1,77

Tab. 4: Výsledky aplikace metody stanovení dle společnosti Vodní sklo a.s. na vzorek lithného vodního skla

Vzorek LiVS	zkušební vzorek						
Mr <sub>Li2O</sub>	29,88			Mr <sub>SiO2</sub>	60,08		
c <sub>HCl</sub> (mol·l <sup>-1</sup> )	1,0432						
č.vzorku	1	2	3	4	5	6	průměr
navážka (g)	1,4733	1,4615	1,1928	1,4156	1,4913	1,1972	
V <sub>1</sub> (ml)	3,1	3,0	2,5	2,95	3,1	2,5	
V <sub>2</sub> (ml)	17,5	17,4	14,4	16,9	17,7	14,5	
V <sub>0</sub> (ml)	1,2						
w <sub>Li2O</sub> (%)	3,27	3,20	3,26	3,24	3,24	3,25	3,24
w <sub>SiO2</sub> (%)	17,33	17,36	17,34	17,37	17,34	17,40	17,35
silikátový modul	2,64	2,69	2,65	2,67	2,66	2,66	2,66

Dle hodnot procentuálního složení vodního skla dodaných od výrobce lze posoudit, že silikátový modul nebo hodnoty procentuálního složení daného druhu vodního skla jsou náročné na zkušenost pracovníka vzhledem k sledování barevné změny indikátoru při stanovení oxidu křemičitého, tedy ke správnému ukončení titrace. Vlivem malé reakční rychlosti vzniku hexafluorokřemičitanu ve slabě kyselém prostředí je barevný přechod u této titrace velmi pozvolný a neostrý viz Obr.č. 5 a Obr.č. 6. Při titraci do vždy stejného odstínu zbarvení indikátoru (methylčerveně) má tato metoda poměrně dobré výsledky, ovšem pracovníkovi, který s touto metodou nemá žádnou zkušenost, nemusí být jasné, jaký barevný odstín odpovídá skutečnému bodu ekvivalence.

Nevýhodou této metody je tedy špatně identifikovatelný barevný přechod signalizující bod ekvivalence při titraci, což je důvod proč se tato práce snaží nalézt vhodnější metodu, která by byla přesnější a jednodušší.





Obr.č. 5: Barevný průběh 1. části titrace dle společnosti Vodní sklo a.s.



Obr.č. 6: Barevné změny při 2. části titrace dle společnosti Vodní sklo a.s. s přidavkem NaF (odhadovaný BE je mezi 4 a 5 odstínem)

### 6.1.2 Konduktometrické stanovení složení vodních skel

Pro ověření přesnosti této metody byly analyzovány tři vzorky od každého druhu vodního skla, a to vedle sebe. Výsledky jsou shrnuty do následujících tabulek podle stanovovaného typu vodního skla: NaVS Tab. 5, KVS

Tab. 6 a LiVS Tab. 7. Jak je z tabulek zřejmé výsledky jak procentuálního obsahu  $Me_2O$ , tak i  $SiO_2$  jsou reprodukovatelné a vykazují nízké hodnoty variačních koeficientů. Průběh titrace byl znázorněn do grafu (**Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, Obr.č. 6 a ostatní grafy jsou uvedeny v příloze). Správnost dosažených výsledků byla posuzována porovnáním výsledků konduktometrické titrace s výsledky žíhání vzorků vodního skla. Za předpokladu, že vodní sklo je látka obsahující pouze  $Me_2O$ ,  $SiO_2$  a vodu, která se při žíhání odstraní, tedy vyžíhaný vzorek pak obsahuje jen  $Me_2O$  a  $SiO_2$ . Výsledná suma vyžíhaného vzorku by se měla rovnat součtu stanoveného složení  $Me_2O$  a  $SiO_2$  zjištěné konduktometrickou titrací. Správnost byla ověřena pouze u prvních vzorků vybraných druhů skel, a to například sečtením hodnot u vzorku NaVS č. 1 v Tab. 5 stanovené konduktometrickou titrací bylo získáno: 16,81 %  $Na_2O$  + 32,06 %  $SiO_2$  = 48,87 %, což je téměř se shodující hodnota z hmotností vyžíhaného zbytku tohoto vzorku, který činí 48,89 %. Díky této shodě se potvrzuje správnost výsledků získaných touto metodou. Dle údajů výrobce by vybraný druh vodního skla měl obsahovat 16,65 %  $Na_2O$  a 31,66 %  $SiO_2$ , což je rovněž v souladu s výsledky získanými konduktometrickou titrací.

Tab. 5: Výsledky konduktometrického stanovení složení NaVS

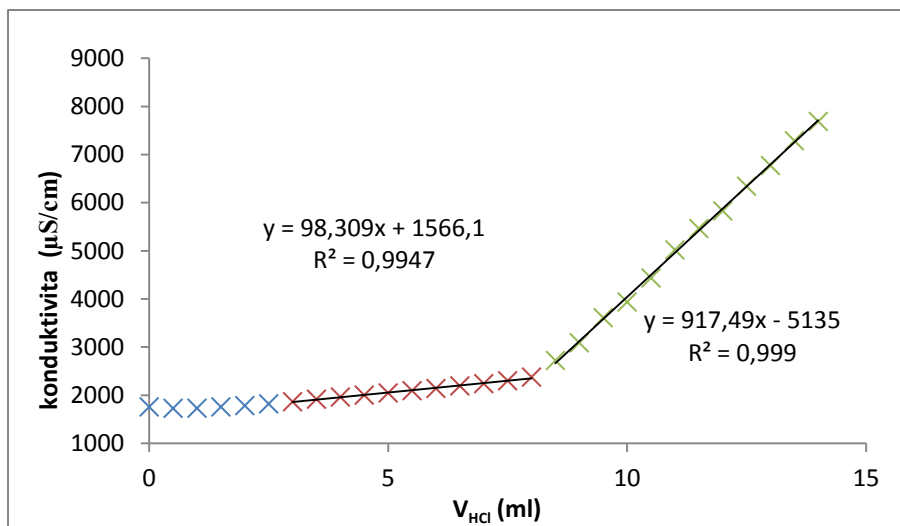
Vzorek NaVS	zkušební vzorek								
Mr <sub>Na2O</sub>	61,9789				Mr <sub>SiO2</sub>	60,08			
c <sub>HCl</sub> (mol·l <sup>-1</sup> )	1,0418								
Stanovení Na <sub>2</sub> O					Stanovení SiO <sub>2</sub>				
č.vzorku	1	2	3	průměr	č.vzorku	1	2	3	Průměr
navážka (g)	1,5710	1,5625	1,6479		navážka (g)	1,5698	1,5233	1,5719	
A (ml)	8,46	8,24	8,18		NaOH (g)	0,2716	0,2739	0,2805	
w <sub>Na2O</sub> (%)	16,81	17,02	16,56	16,79	B <sub>1</sub> (ml)	6,23	6,36	6,51	
vzorky číslo	1	2	3		B <sub>2</sub> (ml)	14,27	14,29	14,54	
silikátový modul	1,85	1,86	1,87	1,86	w <sub>SiO2</sub> (%)	32,06	32,60	31,97	32,21

Tab. 6: Výsledky konduktometrického stanovení složení KVS

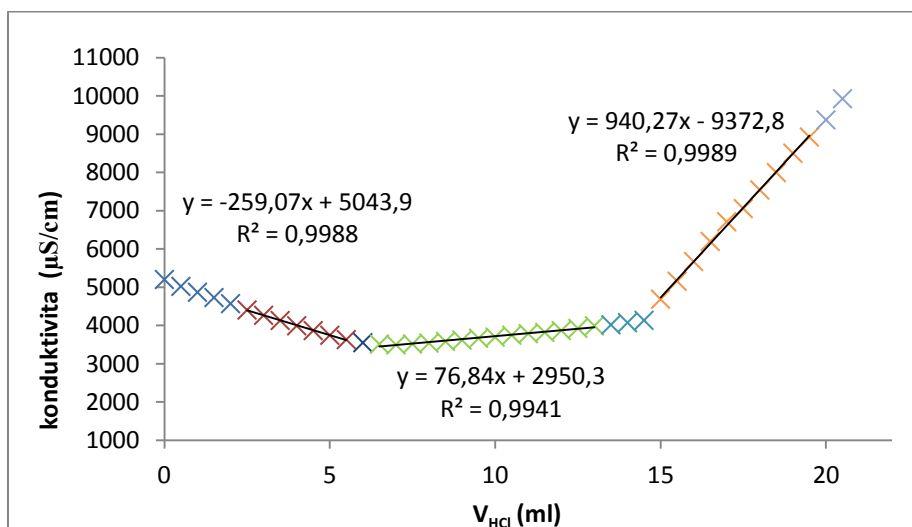
Vzorek KVS	zkušební vzorek								
Mr <sub>K<sub>2</sub>O</sub>	94,2				Mr <sub>SiO<sub>2</sub></sub>	60,08			
c <sub>HCl</sub> (mol·l <sup>-1</sup> )	1,0418								
Stanovení K <sub>2</sub> O					Stanovení SiO <sub>2</sub>				
č.vzorku	1	2	3	Průměr	č.vzorku	1	2	3	Průměr
navážka (g)	2,008	1,913	1,5307		navážka (g)	2,1327	2,1471	1,6626	
A (ml)	10,48	9,93	7,89		KOH (g)	0,2848	0,3342	0,3016	
w <sub>K<sub>2</sub>O</sub> (%)	25,61	25,48	25,31		25,47	B <sub>1</sub> (ml)	5,66	6,11	
vzorky číslo	1	2	3		B <sub>2</sub> (ml)	15,32	16,03	13,09	
silikátový modul	1,74	1,78	1,74	1,75	w <sub>SiO<sub>2</sub></sub> (%)	28,36	28,92	28,13	28,47

Tab. 7: Výsledky konduktometrického stanovení složení LiVS

Vzorek LiVS	zkušební vzorek								
Mr <sub>Li2O</sub>	29,88				Mr <sub>SiO2</sub>	60,08			
c <sub>HCl</sub> (mol·l <sup>-1</sup> )	1,0418								
Stanovení Li2O					Stanovení SiO2				
č.vzorku	1	2	3	průměr	č.vzorku	1	2	3	Průměr
navážka (g)	0,5221	0,7253	0,6451		navážka (g)	1,4199	1,7202	1,7141	
A (ml)	1,11	1,55	1,38		LiOH (g)	0,5573	0,4925	0,5029	
w <sub>Li2O</sub> (%)	3,22	3,24	3,23		3,23	B <sub>1</sub> (ml)	6,41	10,57	
vzorky číslo	1	2	3		B <sub>2</sub> (ml)	10,41	15,42	12,89	
silikátový modul	2,64	2,63	2,64	2,64	w <sub>SiO2</sub> (%)	17,11	17,15	17,13	17,13



Obr.č. 7: Graf závislosti konduktivity na spotřebě  $\text{HCl}$  při konduktometrickém stanovení  $\text{Na}_2\text{O}$  u vzorku NaVS č.1



Obr.č. 8: Graf závislosti konduktivity na spotřebě  $\text{HCl}$  při konduktometrickém stanovení  $\text{SiO}_2$  u vzorku NaVS č.1

### 6.1.3 Gravimetrické stanovení SiO<sub>2</sub> ve vodním skle

Pomocí gravimetrie byly analyzovány tři zkušební vzorky od každého druhu vodního skla vedle sebe. Výsledky procentuálního zastoupení SiO<sub>2</sub> jsou uvedeny v Tab. 8.

Tab. 8: Hodnoty procentuálního zastoupení SiO<sub>2</sub> ve vodním skle získané gravimetrickou metodou

zkušební vzorek									
vodní sklo	Stanovení NaVS			Stanovení KVS			Stanovení LiVS		
č.vzorku	1	2	3	1	2	3	1	2	3
m <sub>vz</sub> (g)	1,0339	1,0232	1,0929	1,1024	1,0351	1,0349	1,0105	1,0993	1,0082
m <sub>1</sub> (g)	21,9627	19,0534	22,9520	35,2353	17,9463	16,4140	35,6788	33,1330	36,3532
m <sub>2</sub> (g)	22,2953	19,3811	23,3018	35,5481	18,2396	16,7071	35,8525	33,3221	36,5256
w <sub>SiO<sub>2</sub></sub> (%)	32,16	32,02	32,01	28,37	28,34	28,32	17,18	17,19	17,11
průměr w <sub>SiO<sub>2</sub></sub> (%)	32,07			28,34			17,16		

Z hodnot získaných metodou gravimetrického stanovení procentuálního zastoupení SiO<sub>2</sub> ve vodním skle lze posoudit, že hodnoty procentuálního obsahu oxidu křemičitého ve vzorku vodního skla jsou poměrně dobře reprodukovatelné. Nevýhodou této metody je její velmi zdoluhavý a časově náročný pracovní postup. Naopak výhodou je, že se u této metody neurčuje BE, ale dochází k rozkladu vzorku vodního skla působením koncentrované HCl a zvýšené teploty na kyselinu křemičitou a nerozložitelný podíl, který je následně vyžíhán za vzniku SiO<sub>2</sub> v podobě bílého prášku, který je vážen a vede k získání reprodukovatelného výsledku.

### 6.1.4 Stanovení Me<sub>2</sub>O ve vodním skle automatickou titrací

Metodou stanovení pomocí automatického titrátoru byly analyzovány tři zkušební vzorky od každého druhu vodního skla paralelně vedle sebe. Výsledky procentuálního zastoupení Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O a Li<sub>2</sub>O jsou uvedeny v Tab. 9.

Tab. 9: Hodnoty procentuálního zastoupení Me<sub>2</sub>O ve vodním skle stanovené automatickou titrací

zkušební vzorky									
vodní sklo	Stanovení NaVS			Stanovení KVS			Stanovení LiVS		
	Mr <sub>Na<sub>2</sub>O</sub>	61,9789		Mr <sub>K<sub>2</sub>O</sub>	94,2		Mr <sub>Li<sub>2</sub>O</sub>	29,88	
č.vzorku	1	2	3	1	2	3	1	2	3
m <sub>vz</sub> (g)	0,5078	0,5147	0,4998	0,5226	0,5295	0,5277	1,5132	1,4899	1,4955
V <sub>HCl</sub> (ml)	2,679	2,714	2,64	2,781	2,815	2,806	3,2180	3,1802	3,1765
w <sub>Na<sub>2</sub>O</sub> (%)				w <sub>K<sub>2</sub>O</sub> (%)			w <sub>Li<sub>2</sub>O</sub> (%)		
	16,69	16,68	16,71	25,59	25,57	25,57	3,24	3,25	3,24
Průměr w <sub>Me<sub>2</sub>O</sub> (%)	16,69			25,58			3,24		

Z hodnot procentuálního zastoupení  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  a  $\text{Li}_2\text{O}$  ve vodním skle lze posoudit, že hodnoty procentuálního zastoupení již zmíněných oxidů kovů ve vodním skle při použití stanovení pomocí metody automatické titrace jsou z hlediska automatické indikace bodu ekvivalence sice lepší než postup dle společnosti Vodní sklo a.s., ale naopak je tato metoda nevhodná k následnému stanovení  $\text{SiO}_2$ , který se ve vodním skle rovněž nachází. Metoda je z hlediska pracovního postupu nenáročná a časově velmi rychlá, tudíž by ji bylo možné v průmyslu zkombinovat s další metodou vedoucí zase ke stanovení oxidu křemičitého, a tím by se docílilo stanovení celkového složení vodního skla. Tato analýza by např. mohla být doplněná konduktometrickou titrací vedoucí ke stanovení  $\text{SiO}_2$ , která je ale časově náročnější a její pracovní postup je poměrně zdlouhavý.

### 6.1.5 Stanovení pomocí optické emisní spektroskopie s indukčně vázaným plazmatem

Pro ověření správnosti této metody byly analyzovány dva vzorky od každého druhu vodního skla, a to vedle sebe. Výsledky jsou shrnuty do následující tabulky (Tab. 10).

Tab. 10: Výsledky získané stanovením pomocí optické emisní spektroskopie s indukčně vázaným plazmatem

zkušební vzorek						
$\text{Mr}_{\text{Si}}$		28,0855		$\text{Mr}_{\text{SiO}_2}$		60,08
vodní sklo	Stanovení NaVS		Stanovení KVS		Stanovení LiVS	
	$\text{Mr}_{\text{Na}}$	22,9898	$\text{Mr}_{\text{K}}$	39,0983	$\text{Mr}_{\text{Li}}$	6,941
	$\text{Mr}_{\text{Na}_2\text{O}}$	61,9789	$\text{Mr}_{\text{K}_2\text{O}}$	94,2	$\text{Mr}_{\text{Li}_2\text{O}}$	29,88
č.vzorku	1	2	1	2	1	2
Me(mg/l)	169262,381	163964,978	348913,855	347196,181	10548,541	10737,843
Si(mg/l)	187339,642	188075,079	215021,044	219664,215	102068,998	106709,939
silikátový modul	1,81	1,87	1,71	1,76	2,59	2,61
Průměr $M_s$	1,84		1,74		2,60	

Z vypočtených hodnot uvedených v tabulce je zřejmé, že silikátové moduly popisující složení vodních skel jsou reprodukovatelné a vykazují nízké hodnoty variačních koeficientů. Správnost dosažených výsledků byla posuzována porovnáním výsledků optické emisní spektroskopie s indukčně vázaným plazmatem s výsledky získanými konduktometrickou titrací, které jsou téměř v souladu. Dle údajů od výrobce, které jsou brány jen jako orientační, protože byly stanoveny acidimetricky má mít LiVS silikátový modul 2,64, KVS 1,75 a NaVS 1,96, což je rovněž v souladu s výsledky zjištěnými touto metodou, až na NaVS, kde je silikátový modul udávaný od výrobce o něco vyšší.

Po aplikaci této metody, lze říct, že tato metoda má své výhody i nevýhody. Metoda je z hlediska pracovního postupu nenáročná a poměrně rychlá, rovněž vede k zisku reprodukovatelných výsledků, což je její výhodou. Naopak nevýhodou jsou vysoké náklady na pořízení potřebného zařízení a nutnost proškolení pracovníka využívajícího toto zařízení.

## ***Shrnutí***

V následujících tabulkách jsou shrnuté průměrné výsledky získané různými metodami a výsledky dodané od příslušných dodavatelů. V *Tab. 11* jsou uvedeny metody, kterými lze stanovit jak procentuální obsah  $\text{Me}_2\text{O}$  tak i  $\text{SiO}_2$ , ze kterých byl následně dopočten silikátový modul, který slouží k porovnání jednotlivých metod. Pomocí konduktometrické titrace byly získány reprodukovatelné výsledky, jejichž správnost byla posouzena porovnáním s výsledky získanými žiháním vzorků vodního skla za předpokladu, že vodní sklo obsahuje pouze vodu,  $\text{Me}_2\text{O}$  a  $\text{SiO}_2$ . Výsledky získané optickou emisní spektroskopií s indukčně vázaným plazmatem jsou téměř totožné s výsledky konduktometrické titrace, což rovněž potvrzuje její správnost. Hodnoty z těchto metod se liší od hodnot získaných kolorimetrickou titrací což je zapříčiněno nerozpoznatelným barevným přechodem naznačujícím BE při stanovení  $\text{SiO}_2$ . Z tohoto důvodu nejsou výsledky kolorimetrického stanovení shodné ani s výsledky dodanými od příslušného dodavatele, který využil rovněž kolorimetrickou titraci. Naopak v *Tab. 12* jsou srovnávané metody, které vedou ke zjištění procentuálního obsahu pouze jednoho stanovovaného oxidu s hodnotami od příslušného dodavatele. V případě lithného vodního skla výrobce tyto hodnoty neuvedl, a proto byly jeho výsledky porovnávány s výsledky z konduktometrické titrace, které pro LiVS jsou následující: 3,23 %  $\text{Li}_2\text{O}$  a 17,13 %  $\text{SiO}_2$ . Stanovením pomocí automatického titrátoru byly získané téměř shodné procentuální obsahy  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  či  $\text{Li}_2\text{O}$  se stanovenými hodnotami dle příslušného výrobce, který hodnoty stanovil kolorimetrickou analýzou dle společnosti vodní sklo a.s., což potvrzuje, že tyto metody lze použít pro stanovení těchto oxidů. V případě kolorimetrické analýzy je u stanovení  $\text{Me}_2\text{O}$  barevný přechod signalizující BE zřetelný. Další testovanou metodou bylo gravimetrické stanovení  $\text{SiO}_2$  u kterého došlo k rozložení vzorku na kyselinu křemičitou, která byla následně vyžihána za vzniku  $\text{SiO}_2$  v podobě bílého prášku, který byl vážen. Tato metoda vede k zisku publikovatelných výsledků, které jsou obdobné s výsledky konduktometrického stanovení, ale s výsledky od příslušných dodavatelů se mírně liší z již uvedeného důvodu. Z těchto metod poskytuje nejuspokojivější výsledky konduktometrická titrace a proto je vhodná pro praktické stanovení přesného chemického složení vodního skla.

Tab. 11: Srovnání silikátových modulů získaných z aplikovaných metod a výsledků dodaných od příslušného dodavatele

<b>vzorek</b>	<b>M<sub>s</sub> dle příslušného dodavatele</b>	<b>M<sub>s</sub> kolorimetrická analýza dle Vodní sklo a.s.</b>	<b>M<sub>s</sub> konduktometrické stanovení</b>	<b>M<sub>s</sub> ICP-OES</b>
<b>NaVS</b>	1,96	2,01	1,86	1,84
<b>KVS</b>	1,75	1,77	1,75	1,74
<b>LiVS</b>	2,63	2,66	2,64	2,60

Tab. 12: Srovnání výsledků získaných z aplikovaných metod a výsledků dodaných od příslušného dodavatele

<b>Vzorek</b>	<b>obsah Me<sub>2</sub>O dle příslušného dodavatele (%)</b>	<b>obsah Me<sub>2</sub>O automatická titrace (%)</b>	<b>obsah SiO<sub>2</sub> dle příslušného dodavatele (%)</b>	<b>obsah SiO<sub>2</sub> gravimetrické stanovení (%)</b>
<b>NaVS</b>	16,65	16,69	31,66	32,07
<b>KVS</b>	25,50	25,58	28,38	28,34
<b>LiVS</b>		3,24		17,16



## 7 Závěr

Práce se zabývala nalezením vhodné metody pro stanovení chemického složení vodních skel. Pro analýzu byly používány vzorky od společnosti Vodní sklo a.s. a Schem a.s.

Jednotlivé vzorky byly analyzovány pomocí různých metod, mezi které patří acidimetrická titrace využívaná společností Vodní sklo a.s., konduktometrická titrace, automatická titrace, gravimetrické stanovení  $\text{SiO}_2$  a stanovení optickou emisní spektroskopií s indukčně vázaným plazmatem. Pomocí těchto kvantitativních analýz byl zjištěn procentuální obsah  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  či  $\text{Li}_2\text{O}$  a  $\text{SiO}_2$  ve zkušebních vzorcích vodního skla, ze kterých byl dopočítán silikátový modul.

Nejprve byl analyzován vzorek sodného vodního skla, na který byly aplikovány již zmíněné metody analýzy. Metoda, která je v praxi využívána již řadu let dle společnosti Vodní sklo a.s. byla zhodnocena jako relativně nenáročná a časově rychlá metoda, avšak její nevýhodou je špatně viditelný barevný přechod signalizující bod ekvivalence při titraci roztoků. Postup stanovení  $\text{Me}_2\text{O}$  ve vodním skle automatickou titrací má výhodu z hlediska automatické indikace bodu ekvivalence, která vede k zisku publikovatelných výsledků. Metoda je časově rovněž nenáročná, ale vede pouze ke stanovení  $\text{Me}_2\text{O}$  dle zkoumaného druhu vodního skla. Naopak gravimetrická metoda vykazuje reprodukovatelné výsledky obsahu  $\text{SiO}_2$  ve vodním skle. Přesnost této metody je však zastíněná jejím časově zdlouhavým a velmi náročným pracovním postupem. Dále byly vzorky podrobeny analýze ICP-OES, která rovněž vykazuje publikovatelné hodnoty, avšak nevýhodou této metody jsou vysoké náklady na potřebné zařízení.

V rámci této práce byla rovněž prezentovaná metoda analýzy chemického složení vodního skla, založená na konduktometrické titraci, která poskytovala uspokojivě přesné a správné výsledky. Je proto vhodná pro praktické stanovení přesného složení vodního skla, což je důvod proč byly její výsledky porovnávány s hodnotami jiných testovaných metod.

Výsledky všech využívaných metod vykazovaly reprezentativní hodnoty. Z hlediska vybavení, časové a pracovní náročnosti by mohla být využívána v praxi konduktometrická titrace jako samostatná metoda nebo v kombinaci s automatickou titrací vedoucí ke stanovení  $\text{Me}_2\text{O}$ .

## 8 CITACE

- [1] Davidovits, J. Geopolymer Chemistry and Applications. 2nd ed. Saint Quentin: Institut Géopolymère, 2008. 592 p.
- [2] ANTOŠ, Petr a Alois BURIAN. *Vodní sklo: výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 1. vyd. Ústí nad Labem: Sand team, 2002, 135 s. ISBN 80-238-9515-X.
- [3] Hlaváč J.: *Základy technologie silikátů*. Praha, 1998. 516 s.
- [4] Opravil, T., Brandštetr J., Havlica, J., Frank, V.: Geopolymery na bázi metakaolinu aktivovaného sodnými a draselnými sloučeninami. In: *Metakaolin 2008 Sborník příspěvků semináře*. Brno, 20. března 2008, s. 80-86, ISBN 978-80-214-3582-7.
- [5] SLOBODIAN, Petr. *Nakládání s odpady*. Vyd. 1. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2013, 192 s. ISBN 978-80-7454-252-7.
- [6] ANTOŠ, P., KOUTNÍK, P. *Alkalické aktivátory metakaolinu*. Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2008.
- [7] *Metakaolin 2008: sborník příspěvků semináře, Brno 20. března 2008*. 1. vyd. Editor Pavla Rovnaníková, Zbyněk Keršner. V Brně: Vysoké učení technické v Brně, 2008, 108 s. ISBN 978-80-214-3582-7.
- [8] Vacík J. a kol.: *Přehled středoškolské chemie*. Praha, 1993. 365 s. ISBN 80-04- 26388-7.
- [9] Klikorka a kol.: *Obecná a anorganická chemie*. Praha, 1985. 591 s.
- [10] Jursík F.: *Anorganická chemie kovů*. Praha, 2002. 152 s. ISBN 80-7080-504-8.
- [11] ŠRÁMKOVÁ, Eva. *Příprava historických geopolymérů*. Brno, 2008. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [12] VACKOVÁ, Jana. *Vývoj sklářského průmyslu v České republice*. [online] Plzeň: 2017 Západočeská univerzita v Plzni. [cit. 2018-10-04]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11025/27735>
- [13] HUDÍK, Ondřej. *Kvantitativní analýza složení vodního skla*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2014, 48 s. Dostupné také z: <http://hdl.handle.net/10563/29854>. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Fakulta technologická, Ústav inženýrství ochrany životního prostředí. Vedoucí práce Bednařík, Vratislav.
- [14] Sodium and Potassium silicates: Versatile compounds for your applications (brochure), PQ Europe 2004.
- [15] PODMANICKÁ, Stanislava. *Příprava hlinitokřemičitého kompozitu na bázi vodního skla*. 2013, 16s.
- [16] KOTLÍK, Petr. *Stavební materiály historických objektů: materiály, koroze, sanace*. 1. vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1999. ISBN 80-708-0347-9.

- [17] PTÁČEK, P. Praktikum z preparativních a testovacích metod I.: soubor návodů pro laboratorní cvičení ze zkušebních metod stavebních a technických pojiv - cementu, vápna, sádry a vodního skla. Vyd. 1. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. ISBN 978-80-214-4392-1.
- [18] Základní informace o vodním skle. Vodní sklo [online]. b.r. [cit. 2018-10-09]. Dostupné z: <http://www.vodnisklo.cz/cz/clanky/zakladni-informace-o-vodnim-skle>
- [19] SHI, C., P. V. KRIVENKO a D. ROY. Alkali-activated cements and concretes. London: Taylor & Francis, 2006, ix, 376 s. ISBN 04-157-0004-3.
- [20] HLAVÁČ, Jan. Základy technologie silikátů. 1. vyd. Praha: SNTL-Nakladatelství technické literatury, 1981, 516 s.
- [21] PROVIS, J. L. a J. S. J. VAN DEVENTER. *Geopolymers: Structure, Processing, Properties and Industrial Applications*. Burlington: Elsevier Science, 2009. ISBN 978-1-84569-449-4.
- [22] Vodní sklo sodné. VODNÍ SKLO A.S. *Vodní sklo* [online]. 2008 © [cit. 2018-10-09]. Dostupné z: [http://www.vodnisklo.cz/data/pdf/specifikace/Sodna\\_vodni\\_skla.pdf](http://www.vodnisklo.cz/data/pdf/specifikace/Sodna_vodni_skla.pdf)
- [23] Vodní sklo sodné. Bezpečnostní listy. *Vodní sklo* [online]. 2008 © [cit. 2018-10-09]. Dostupné z: [http://www.velox.at/fileadmin/content/CZ/Atesty\\_CZ/BL\\_vodni\\_sklo\\_sodne\\_MPnad32.pdf](http://www.velox.at/fileadmin/content/CZ/Atesty_CZ/BL_vodni_sklo_sodne_MPnad32.pdf)
- [24] Bezpečnostní listy ke stažení. Vodní sklo [online]. b.r. [cit. 2018-10-09]. Dostupné z: <http://www.vodnisklo.cz/cz/ke-stazeni>
- [25] Vodní sklo draselné. VODNÍ SKLO A.S. *Vodní sklo* [online]. 2008 © [cit. 2018-10-09]. Dostupné z: [http://www.vodnisklo.cz/data/pdf/specifikace/Draselna\\_vodni\\_skla.pdf](http://www.vodnisklo.cz/data/pdf/specifikace/Draselna_vodni_skla.pdf)
- [26] Lithná vodní skla. VODNÍ SKLO A.S. *Vodní sklo* [online]. 2008 © [cit. 2018-10-09]. Dostupné z: [http://www.vodnisklo.cz/data/pdf/specifikace/Lithne\\_vodni\\_sklo\\_-\\_cz\\_55.pdf](http://www.vodnisklo.cz/data/pdf/specifikace/Lithne_vodni_sklo_-_cz_55.pdf)
- [27] BEDNAŘÍK, Vratislav a Milan VONDRUŠKA. Konduktometrické stanovení složení vodního skla. *Chemické listy* [online]. 2008, 102(6), 444-446 [cit. 2018-10-09]. ISSN 00092770.
- [28] KŘÍŽENECKÁ, Sylvie; SYNEK, Václav. *Základy analytické chemie*. Univerzita JE Purkyně v Ústí nad Labem, Fakulta životního prostředí, 2014, 54 s.
- [29] Boss, Ch .B.; Fredeen, K. J.: Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry, Perkin-Elmer Corporation, USA, 1997
- [30] Otruba, V.: 5 kurz ICP spektrometrie, Spektroskopická společnost Jana Marca Marci, 2009
- [31] Sommer, L.: Optická emisní spektrometrie v indukčně vázaném plazmatu a vysokoteplotních plamenech, 1. vyd., Praha: Academia, 1992

- [32] Kanický, V.: Emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem pro analýzu roztoků a pevných látek, Brno, 1995
- [33] Otruba, V.: Spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem: sborník příspěvků semináře, Brno 11. – 13. Zář 2001, Brno: Masarykova univerzita, 2001
- [34] Boss, Ch .B.; Fredeen, K. J.: Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry, Perkin-Elmer Corporation, USA, 1997
- [35] NÁPLAVOVÁ, Alice. Potenciometrie a konduktometrie ve výuce analytické chemie [online]. Brno, 2009 [cit. 2019-03-26]. Dostupné z: <<https://is.muni.cz/th/qfloy/>>. Bakalářská práce. Masarykova univerzita, Pedagogická fakulta. Vedoucí práce Luděk Jančář.

## 9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

VS	Vodní sklo
NaVS	Sodné vodní sklo
KVS	Draselné vodní sklo
LiVS	Lithné vodní sklo
Me	Kov
ICP-OES	Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem
BE	Bod ekvivalence
M <sub>S</sub>	Silikátový modul (molární poměr SiO <sub>2</sub> :Me <sub>2</sub> O)
M	Zkratka pro jednotku mol·l <sup>-1</sup>

## 10 SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr.č. 1: Postup hydrotermální výroby vodního skla. [15]</i> .....	13
<i>Obr.č. 2: Proces výroby vodního skla tavením. [15]</i> .....	14
<i>Obr.č. 3: Barevný přechod signalizující BE při standardizaci přibližně <math>1\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}</math> HCl</i> .....	25
<i>Obr.č. 4: Konduktometrické stanovení složení vodního skla</i> .....	28
<i>Obr.č. 5: Barevný průběh 1. části titrace dle společnosti Vodní sklo a.s.</i> .....	33
<i>Obr.č. 6: Barevné změny při 2. části titrace dle společnosti Vodní sklo a.s. s přidavkem NaF (odhadovaný BE je mezi 4 a 5 odstínem)</i> .....	33
<i>Obr.č. 7: Graf závislosti konduktivity na spotřebě HCl při konduktometrickém stanovení <math>\text{Na}_2\text{O}</math> u vzorku NaVS č.1</i> .....	35
<i>Obr.č. 8: Graf závislosti konduktivity na spotřebě HCl při konduktometrickém stanovení <math>\text{SiO}_2</math> u vzorku NaVS č.1</i> .....	35

## 11 SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1: Složení vodních skel dle příslušného dodavatele .....</i>	<i>31</i>
<i>Tab. 2: Výsledky aplikace metody stanovení dle společnosti Vodní sklo a.s. na vzorek sodného vodního skla .....</i>	<i>31</i>
<i>Tab. 3: Výsledky aplikace metody stanovení dle společnosti Vodní sklo a.s. na vzorek draselného vodního skla.....</i>	<i>32</i>
<i>Tab. 4: Výsledky aplikace metody stanovení dle společnosti Vodní sklo a.s. na vzorek lithného vodního skla .....</i>	<i>32</i>
<i>Tab. 5: Výsledky konduktometrického stanovení složení NaVS .....</i>	<i>34</i>
<i>Tab. 6: Výsledky konduktometrického stanovení složení KVS .....</i>	<i>34</i>
<i>Tab. 7: Výsledky konduktometrického stanovení složení LiVS.....</i>	<i>34</i>
<i>Tab. 8: Hodnoty procentuálního zastoupení SiO<sub>2</sub> ve vodním skle získané gravimetrickou metodou....</i>	<i>36</i>
<i>Tab. 9: Hodnoty procentuálního zastoupení Me<sub>2</sub>O ve vodním skle stanovené automatickou titrací .....</i>	<i>36</i>
<i>Tab. 10: Výsledky získané stanovením pomocí optické emisní spektroskopie s indukčně vázaným plazmatem.....</i>	<i>37</i>
<i>Tab. 11: Srovnání silikátových modulů získaných z aplikovaných metod a výsledků dodaných od příslušného dodavatele.....</i>	<i>40</i>
<i>Tab. 12: Srovnání výsledků získaných z aplikovaných metod a výsledků dodaných od příslušného dodavatele .....</i>	<i>40</i>